Série A, n° 3905
N° d'ordre
4756

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

René MARGERAND
Ingénieur des Arts & Manufactures

1re THÈSE

Étude cristallographique de la transformation gamma —→ alpha provoquée par une déformation plastique dans les aciers 18-8 instables

2me THÈSE. — **PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ**

Soutenues le 19 mai 1962 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président*
WYART, A. MICHEL } *Examinateurs*
BASTIEN P. (invité)

ÉDITIONS MÉTAUX
32, Rue du Maréchal-Joffre, St-Germain-en-Laye (S.-&-O.)

Série A, n° 3905
N° d'ordre
4756

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

René MARGERAND
Ingénieur des Arts & Manufactures

1re THÈSE

Étude cristallographique de la transformation gamma —→ alpha provoquée par une déformation plastique dans les aciers 18-8 instables

2me THÈSE. — PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le 19 mai 1962 devant la Commission d'examen

MM. G. CHAUDRON, *Président*
WYART, A. MICHEL } *Examinateurs*
BASTIEN P. (invité)

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

Faculté des Sciences de l'Université de Paris

PROFESSEURS

Doyen ..... M. ZAMANSKY

MM.	G. JULIA	T	Analyse supérieure et algèbre supérieure.
	DE BROGLIE ..	T	Théories physiques.
	PRENANT	T	Anatomie et Histologie comparées.
	GRASSÉ	T	Evolution des êtres organisés.
	PRÉVOST	T	Chimie organique.
	CHAUDRON ..	T	Chimie appliquée.
	WYART	T	Minéralogie et cristallogr.
	TEISSIER	T	Zoologie.
	MANGENOT ..	T	Biologie végétale (Orsay).
	P. AUGER ..	T	Physique quantique et relativité.
	MONNIER	T	Physiologie générale.
	PIVETEAU	T	Paléontologie.
	ROCARD	T	Physique (E.N.S.).
	H. CARTAN ..	T	Mathématiques (E.N.S.).
	LAFFITTE	T	Chimie générale.
	FAVARD	T	Géométrie supérieure.
	COULOMB	T	Physique du globe.
	Mlle COUSIN..	T	Biologie animale. (S.P.C.N.).
	CHRÉTIEN ..	T	Chimie minérale.
	P. DRACH....	T	Zoologie.
	KASTLER	T	Physique (E.N.S.)
	EPHRUSSI ..	T	Génétique.
	RIVIÈRE	T	Géologie et sédimentation (S.P.C.N.) (Orsay).
	GAUTHERET ..	T	Biologie végétale (P.C.B.).
	R. LUCAS		Recherches physiques.
	A. THOMAS ..	T	Biologie cellulaire.
	ARNULF	T	Optique appliquée.
	M. MORAND..	T	Enseignement de physique.
	SOLEILLET ..	T	Physique (P.C.B.).
	FORTIER	T	Mécanique expérimentale des fluides.
	DANJON	T	Astronomie.
	PETIT	T	Biologie maritime.
	QUENEY	T	Météorologie et dynamique atmosphérique.
	GALLIEN	T	Embryologie.
	EICHHORN ..	T	Botanique.
	DE CUGNAC ..	T	Biologie végétale (S.P.C.N.).
	Mlle CAUCHOIS	T	Chimie physique.
	THELLIER ..	T	Physique du globe.
	L'HÉRITIER ..	T	Biologie générale (Orsay).
	GRIVET	T	Radioélectricité (Orsay).
	PONCIN	T	Mécanique générale.
	DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des nombres.
	QUELET	T	Chimie organique.
	CAGNIARD	T	Géophysique appliquée.
	CHAMPETIER..	T	Chimie macromoléculaire.
	CUVILLIER ..	T	Micropaléontologie.
	JUNG	T	Pétrographie.
	TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique.
	WIEMANN	T	Chimie organique et structurale.
MM.	JACQUINOT ..	T	Spectroscopie et physique céleste (Orsay).
	VASSY	T	Physique de l'atmosphère.
	DESTOUCHES..	T	Théories physiques.
	AMIEL	T	Chimie générale.
	HOCART	T	Minéralogie et cristallogr.
	J.-P. MATHIEU	T	Physique (optique).
	COUTEAUX ..	T	Biologie animale (P.C.B.).
	MAY	T	Zoologie (Orsay).
	CHOQUET	T	Théorie des fonctions et topologie.
	FELDMANN ..	T	Biologie végétale marine.
	GUINIER	T	Physique des solides (Orsay).
	JOST	T	Physiologie comparée.
	FORTET	T	Calcul de probabilités et physique mathématique.
	SCHWARTZ ..	T	Calcul différentiel et intégral.
	CHOUARD ..	T	Physiologie végétale.
	MALAVARD ..	T	Aviation.
	BRELOT	T	Calcul différentiel et intégral.
	NORMANT ..	T	Synthèse organique générale.
	BENARD	T	Chimie minérale
	BUVAT	T	Botanique (E.N.S.).
	DUGUÉ	T	Statistiques mathématiques.
	SOULAIRAC ..	T	Psychophysiologie.
	ULRICH	T	Physiologie végétale.
	MARÉCHAL ..	T	Optique théorique et appliquée.
	KIRRMANN ..	T	Théories chimiques.
	CHADEFAUD ..	T	Botanique.
	Mlle LE BRETON	T	Phyiosologie de la nutrition.
	SALEM	T	Mathématiques générales.
	LELONG	T	Application de l'analyse à la géométrie
	DEVILLERS ..	T	Anatomie et histologie comparées.
	EHRESMANN ..	T	Topologie algébrique.
	FRANÇON	T	Physique (S.P.C.N.).
	GLANGEAUD ..	T	Géographie physique et géologie dynamique.
	GODEMENT ..	T	Mathématiques (M.P.C.).
	PISOT	T	Technique mathématique de la physique.
	ROCH (E.) ..	T	Géologie.
	SCHATZMANN..	T	Astrophysique.
	TERMIER	T	Paléontologie stratrigraphique.
	ZAMANSKY ..	T	Mathématiques générales.
	LENNUIER ..	T	Physique (M.G.P.)
	RIZET		Génétique (Orsay).
	ROUTHIER ..	T	Géologie appliquée.
	Mme TONNELAT	T	Physique théorique.
	DIXMIER	T	Mathématiques (M.P.C.).
	SOUCHAY	T	Chimie générale.
	AIGRAIN	T	Electrotechnique générale.
	BRUSSET		Chimie systématique.

MM.	M. Levy	T	Physique théorique des hautes énergies (Orsay).
	Mme Chaix ..	T	Chimie biologique.
	Mme Hurel-Py		Biologie végétale (P.C.B.).
	Piaux	T	Chimie (M.P.C.).
	Brun	T	Mécanique expérimentale des fluides.
	Lederer	T	Chimie biologique.
	Mme Dubreil.	T	Mathématiques.
	Mme Lelong .	T	Mathématiques (E.N.S.).
	Bellair	T	Géologie (S.P.C.N.).
	Cotte	T	Physique électricité.
	Dubois J. E.	T	Chimie organique.
	Lamotte	T	Zoologie (E.N.S.).
	Michel A. ..	T	Chimie générale (Orsay).
	Olmer	T	Energétique générale.
	Rouault	T	Electricité (Orsay).
	Gauthier ..	T	Mécanique appliquée.
	Barchewitz .	T	Chimie physique.
	Brossel	T	Physique atomique.
	Buser		Physiologie comparée.
	Camus		Physiologie vég. (B.M.P.V.).
	Castaing ..	T	Physique (Orsay)
	Curien	T	Minéralogie et cristallographie.
	Moyse	T	Physiologie végétale (Orsay).
	Noirot		Evolution des êtres organisés.
	Pannetier ..	T	Chimie générale (Orsay).
	Possompes ..	T	Zoologie.
	Pullmann ..	T	Chimie théorique.
	Teillac	T	Physique nucléaire et radioactivité.
	Tonnelat ..	T	Biologie physico-chimique.
	Ville	T	Econométrie.
	Willemart ..		Chimie (P.C.B.).
	Dodé	T	Chimie (S.P.C.N.) (Orsay).
	Freymann ..	T	Physique - Recherches.
	Guinochet ..	T	Biol. vég. (S.P.C.N.) (Orsay).
	Rollet	T	Chimie (P.C.B.).
	Mlle Josien..	T	Chimie (S.P.C.N.).
	Chevalley ..	T	Géométrie algébrique et théorique des groupes.
	**Arnoult	T**	Electronique (Orsay).
	**Chapelle ..	T**	Physique (M.P.C.), Orsay.
	**Delange	T**	Mathématiques (Orsay).
	**Deny	T**	Mathématiques gén. (Orsay)
	**Germain	T**	Mécanique théorique des fluides.
	**Lucas G. ..	T**	Géologie.
	Allard	T	Chimie physique.
	Berthelot ..	T	Physique nucléaire et radioactivité (Orsay).
	Bricard	T	Météorologie et physique de l'atmosphère.
Mme	Albe-Fessard		Psycho-physiologie.
	Friedel		Physique des solides (Orsay).
	M. Julia		Etude des molécules organiques complexes.
	Lender	T	Biologie animale (S.P.C.N.), Orsay.
	Magat		Physico-chimie des rayonnements.
	Mlle Quintin	T	Electrochimie.

MM.	Monod	T	Chimie du métabolisme.
	Benoit	T	Physiologie animale (Orsay).
	De Possel ..	T	Analyse numérique.
	Charlot	T	Chimie analytique.
	Haissinsky ..	T	Radiochimie.
	Lemée	T	Physiol. végétale (B.M.P.V.) (Orsay).
	Guérin	T	Chimie (M.P.C.) (Orsay).
	Chatelet M.		Chimie (P.C.B.).
	Jean	T	Physique nucléaire (Orsay).
	Mattler	T	Physique (S.P.C.N.).
	Michel (Louis		Physique théorique des hautes énergies (Orsay).
	Bergerard		Zoologie (Orsay).
	Bertein		Electronique (Orsay).
	Bouissières		Chimie de radioéléments (Orsay).
	Mme Couture		Thermodynamique et mécanique physique.
	Ellenberger		Géologie appliquée.
	Franc		Biologie animale (P.C.B.).
	Schnell ..		Botanique tropicale (Orsay).
	Stolkowski		Physiologie générale.
	Acher		Chimie biologique (Orsay).
	Baudoin		Biologie animale (P.C.B.).
	Beaumont ..		Biologie animale (S.P.C.N.).
	Blamont		Géophysique ionosphère.
	Bourreau ..		Botanique.
	Curie D. ..		Physique (M.G.P.).
	Durant-Delga		Géologie
	Fréon	T	Chimie organique (Orsay).
	Heller		Physiologie végétale.
	Tortrat		Calcul des probabilités.
	Cailleux ..		Géologie (S.P.C.N.).
	Magnan	T	Physique (S.P.C.N.).
	Daudel	T	Mécanique ondulatoire appliquée à la chimie théorique et à la physique nucléaire.
	Mlle Fourcroy		Biologie végétale (S.P.C.N.).
	Mme Choquet-Bruhat ..	T	Mécanique analytique et mécanique céleste.
	Mlle Veil ..		Physiologie générale.
	Lwoff	T	Microbiologie.
	Siestrunck..	T	Méc. phys. et expérimentale.
	Lacombe	T	Métallurgie des métaux nucl.
	Brochard ..	T	Physique (P.C.B.) (Orsay).
	Cabannes ..	T	Mécanique générale.
	Lesieur	T	Mathémat. (M.P.C.) (Orsay).
	Mazet	T	Mécanique générale (Orsay).
	Caire		Géographie physique et géologie dynamique.
	Comolet ..		Mécanique des fluides.
	Corabœuf ..		Physiologie animale.
	Delloue		Physique de l'exosphère.
	Gorenflot ..		Botanique II (Orsay).
	Houillon ..		Biologie animale (P.C.B.).
	Jullien J. ..		Chimie (P.C.B.).
	Malgrange ..		Techn. math. de la physique.
	Olivier		Anthropologie.
	**Nozeran	T**	Botanique II (Orsay).
	Blanc-Lapierre		Physique (E.N.S.) (Orsay).

Secrétaire général ..... R. Poullain.

A MA FEMME.

A LA MÉMOIRE DE MON PÈRE.

« C'était une ancienne tradition passée de l'Egypte en Grèce qu'un dieu ennemi du repos des hommes était l'inventeur des Sciences ».

J.-J. ROUSSEAU

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41538128_0042

Je tiens à exprimer à mon maître, M. Paul BASTIEN, professeur de Physique Générale et Directeur de la Recherche Scientifique à l'Ecole Centrale des Arts et Manufactures, toute ma gratitude pour avoir guidé et suivi le développement de mes recherches.

Qu'il me soit permis d'exprimer ma profonde déférence à la mémoire de M. Albert PORTEVIN, qui avait bien voulu présenter les principaux résultats de mes expériences à l'Académie des Sciences.

Ces recherches, effectuées au Laboratoire de Physique des Métaux de l'Ecole Centrale, ont pu être menées à bonne fin grâce à l'aide matérielle qui nous a été accordée par le Centre National de la Recherche Scientifique.

Les alliages étudiés ont été élaborés par les Forges et Ateliers du Creusot que nous tenons à remercier ici

SOMMAIRE

Introduction.

PREMIERE PARTIE

LES MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

CHAPITRE PREMIER : *Détermination des orientations préférentielles par la diffraction des rayons X-Dosages.*

1. Conditions générales des essais.
   a) Préparation des échantillons.
   b) Choix de la longueur d'onde.
2. Etude qualitative des textures de révolution.
3. Textures des tôles laminées. Chambre pour figures de pôles.
   a) Description de la chambre pour figures de pôles.
   b) Tracé des figures de pôles. Figures de pôles quantitatives.
4. Etude quantitative des textures de révolution. Cas des textures complexes.
   a) Principe de la méthode.
   b) Interprétation des diagrammes.
   c) Cas des textures complexes.
5. Dosages par rayons X.
   a) Généralités.
   b) Description de la méthode dans le cas d'une texture de révolution.
   c) Calcul des proportions de chaque phase.
   d) Cas des textures quelconques.
   e) Vérifications possibles.

ANNEXE I : Détermination des mailles de l'austénite et de la phase α_e.

CHAPITRE II : *Méthodes complémentaires.*

1. Examens micrographiques.
   a) Micrographie optique.
   b) Figures de corrosion.
   c) Micrographies magnétiques.
2. Mesures magnétiques.
   a) Principe des mesures à saturation.
   b) Description de l'appareillage.
   c) Calcul du pourcentage des phases.
3. Dilatométrie et Elasticimétrie.
   a) Dilatométrie différentielle et dilatométrie isotherme.
   b) Mesure du module d'élasticité et du frottement intérieur.

DEUXIEME PARTIE

ETUDE DE LA TRANSFORMATION $\gamma \rightarrow \alpha_e$ PAR ECROUISSAGE

CHAPITRE III : *Divers modes de déformation étudiés.*

1. Déformation à symétrie de révolution.
   a) Compression.
   b) Etirage. Compression cylindrique.
2. Déformation à symétrie plane.
3. Déformation à l'ambiante et au-dessus.

CHAPITRE IV : *Etude de la phase α_e obtenue au cours d'une déformation à symétrie de révolution.*

1. Conditions d'apparition de la phase α_e au cours de l'écrouissage. Nature de la phase α_e.
2. Pourcentage de phase α_e formée en fonction de l'écrouissage.
   a) Cas de l'étirage.
   b) Cas de la compression.
3. Influence d'une déformation préalable.
4. Les textures obtenues.
   a) Cas de la compression. Etude quantitative des orientations.
   b) Cas de l'étirage. Etude quantitative des orientations.
5. Examens micrographiques.
6. Propriétés mécaniques.
   a) Duretés.
   b) Module d'élasticité et frottement intérieur.

CHAPITRE V : *Etude de la phase α_e obtenue par laminage. Textures de tôles.*

1. Pourcentage de phase α_e formée en fonction de l'écrouissage.
2. Figures de pôles dans l'austénite et dans la phase α_e.
3. Interprétation des figures de pôles. Relations d'orientation.
4. Examens micrographiques.

CHAPITRE VI : *Conclusions de l'étude expérimentale.*

1. Conditions d'apparition de la phase α d'écrouissage.
2. Relations d'orientations.
3. Phase α superficielle.

TROISIEME PARTIE

ETUDE DU REVENU DE LA PHASE α_e D'ECROUISSAGE

CHAPITRE VII : *Les deux étapes du revenu.*

A. Etude du revenu à 500 °C.

1. Influence du revenu à 500 °C sur la quantité de phase α_e.
2. Influence sur la texture.
3. Examen micrographique.
4. Etude dilatométrique.

B. Etude du revenu à 610 °C et au-dessus.

1. Etude de la texture.
2. Examens micrographiques.
3. Variation du module d'élasticité.
4. Etude dilatométrique.

QUATRIEME PARTIE

ETUDE CRITIQUE DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX THÉORIE DE LA TRANSFORMATION

CHAPITRE VIII : *Théorie de la transformation par écrouissage.*

1. Relations d'orientation et correspondance entre les réseaux des phases γ et α_e.
2. Utilisation du modèle de Bain.
   a) Cas de la compression.
   b) Cas de l'étirage.
   c) Cas des tôles laminées.
3. Mécanisme de la transformation.
   a) Cas des tôles laminées.
   b) Cas de la compression.
   c) Cas de l'étirage.
4. Théorie de la transformation.
5. Observations complémentaires confirmant cette théorie.

CHAPITRE IX : *Théorie du revenu.*

1. Différences avec la transformation directe.
2. Interprétation des deux étapes du revenu à l'aide des diagrammes.

Etude cristallographique de la transformation gamma —> alpha provoquée par une déformation plastique dans les aciers 18-8 instables

par René MARGERAND

Ingénieur des Arts et Manufactures

RÉSUMÉ

L'étude cristallographique de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par écrouissage dans les aciers 18-8 a pour but de saisir le mécanisme de cette transformation. Nous avons pensé, en effet, qu'il devait exister, comme pour la transformation obtenue par trempe, entre la phase-mère et la phase-produit, des relations de réseau, qui, quel que soit le type de déformation choisi, doivent suggérer un mécanisme unique permettant de les expliquer toutes.

Trois types de déformations ont été retenus :

— deux déformations à symétrie de révolution : compression et étirage;

— une déformation à symétrie plane : laminage de tôles.

D'une façon générale, la diffraction des rayons X, par la méthode de Debye et Scherrer, permet d'obtenir les textures d'orientations préférentielles des échantillons étudiés. Pour les tôles nous avons tracé les figures de pôles complètes et quantitatives, en utilisant un appareil, conçu par nous, et qui permet d'obtenir des diagrammes faciles à photométrer.

Cet appareil nous a permis également d'analyser de façon quantitative les orientations préférentielles de révolution.

Dans la plupart des cas, les relations d'orientations ont pu être vérifiées par l'examen au microscope de figures de corrosion obtenues dans l'une et l'autre phase.

Pour relier la quantité de phase α_e (phase α obtenue par écrouissage) formée à la valeur du taux d'écrouissage, nous avons utilisé deux méthodes de dosage :

— des mesures de l'intensité d'aimantation à saturation;

— les rayons X, selon une méthode originale utilisable même si l'échantillon possède une texture absolument inconnue.

Les diagrammes de Debye et Scherrer, ainsi que des essais d'écrouissage à chaud (donc sans transformation) avant d'appliquer la déformation à l'échantillon, montrent que la phase α ne se forme que dans une phase γ déjà déformée, la quantité de phase α formée est proportionnelle au taux d'écrouissage.

La phase α peut être obtenue sous la seule action des tensions de surface, nous l'appelons dans ce cas phase α superficielle (α_S) ; c'est une phase identique à la phase α_e, elle s'en distingue seulement par son mode d'obtention. Les phases α_e et α_s sont magnétiques et cristallisent dans le système cubique centré.

Pour la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$, les relations d'orientation sont :

Axe de compression : $< 110 > \gamma \nearrow < 111 > \alpha_e$ (*forte* : 70 %)
$\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\qquad\quad \searrow < 100 > \alpha_e$ (*moyenne* : 30 %)

Direction d'étirage : $< 111 > \gamma \rightarrow < 210 > \alpha_e$ (*forte* : 58 %)

$< 100 > \gamma \nearrow < 110 > \alpha_e$ (*moyenne* : 26 %)
$\qquad\qquad\quad \searrow < 100 > \alpha_e$ (*faible* : 16 %)

Laminage (plan et direction) : $(0\bar{1}1)\ \gamma\ [211]\ \gamma \nearrow (11\bar{1})\ \alpha_e\ [2\bar{1}1]\ \alpha_e$ (*forte*)
ou
$(110)\ \gamma\ [1\bar{1}2]\ \gamma \searrow (100)\ \alpha_e\ [0\bar{1}1]\ \alpha_e$ (*moyenne*)

Nous avons montré que la première relation d'orientation dans le cas du laminage est équivalente à celle donnée par Kurdjumov et Sachs [28] dans le cas des aciers au carbone trempés; la seconde relation est identique à celle donnée par Nishiyama [29].

La correspondance de Bain [36] est applicable et toutes les relations d'orientation trouvées sont explicables quantitativement. Le mécanisme de la transformation dans le cas des tôles se ramène à un cisaillement produisant le changement de réseau, un remaniement supplémentaire, soit de cisaillement, soit de contraction et de dilatation dans des directions convenables, achève la transformation. La direction perpendiculaire au plan de la tôle étant une direction de compression, nous avons pu ramener le cas de la compression simple au cas du laminage. Enfin, en considérant l'étirage comme analogue à une compression faite suivant une direction du plan perpendiculaire à l'axe de la barre, mais dans tous les azimuts possibles, ce que nous avons appelé « compression cylindrique », on ramène encore la déformation d'étirage à une compression donc finalement au laminage. Le mécanisme de la transformation est donc unique. En nous aidant des mesures de frottement intérieur, nous avons pu expliquer le mécanisme de la transformation par des mouvements d'ensembles de dislocations imparfaites de vecteurs de Bürgers $\frac{a}{6}$ [211] appelés « dislocations transformation ».

Pour savoir si la transformation inverse $\alpha_e \rightarrow \gamma$ donnait lieu à des relations d'orientation entre les deux phases, nous avons étudié le revenu de la phase α_e. Mais aucune relation n'existe au cours de cette transformation, qui d'ailleurs se produit en deux temps :

— *Décomposition de la phase α_e en austénite et phase α de teneurs en nickel différentes, vers 500 °C;*

— *Evolution de la composition des deux phases et retour à l'austénite avec homogénéisation de la composition en nickel, à 610 °C.*

Le revenu s'accompagne d'une précipitation de carbures.

La transformation inverse $\alpha_e \rightarrow \gamma$ n'est donc pas une transformation sans diffusion (comme c'est le cas pour $\gamma \rightarrow \alpha_e$) ; nous avons d'ailleurs mis en évidence un phénomène de germination et croissance.

Introduction

C'est Bain, en 1924 [1], qui le premier a considéré la martensite comme une étape dans le passage de l'état γ (austénite) à l'état α (ferrite). Depuis les recherches concernant la transformation martensitique ont fait l'objet de nombreuses publications et concernent pour la plupart la *transformation martensitique par trempe des aciers au carbone.*

La *transformation par écrouissage* a été « aperçue », en 1942, par K Mathieu [2] qui a mis en évidence de façon succincte les principaux facteurs de cette transformation. L'étude faite en France par P. Bastien et J. Dedieu [3] a permis de préciser les conditions dans lesquelles peut se produire la transformation par écrouissage dans les aciers 18-8. J. Dedieu [4] a montré la très grande analogie existant entre les transformations par trempe et écrouissage, ainsi qu'entre les produits obtenus.

De nombreux auteurs [5] ont mis en évidence, dans le cas de la transformation par trempe, des relations entre les réseaux de l'austénite-mère et de la martensite. Les résultats exposés par les divers chercheurs ne sont pas toujours concordants. Actuellement une certaine tendance se manifeste d'étudier la géométrie de la transformation d'une façon abstraite s'éloignant de plus en plus du support expérimental [6].

A l'exception de quelques résultats épars et d'ailleurs souvent en désaccord entre eux, parmi lesquels nous pourrions citer H. Neerfeld et K. Mathieu [7], B. Cina [8], K. W Andrews [9], aucune recherche systématique n'a été effectuée pour la transformation par écrouissage. Avec M. le professeur P. Bastien, nous avons pensé qu'il serait intéressant de faire cette étude, et nos recherches ont eu pour double but de préciser les conditions d'apparition de la phase α d'écrouissage et de mettre en évidence des relations entre les réseaux de la phase-mère et du produit de la transformation et comparer les résultats obtenus à ceux déjà donnés pour la transformation par trempe.

Utilisant les premiers résultats de J. Dedieu, notre choix s'est porté sur un acier au chrome-nickel entièrement austénitique, que sa composition rend particulièrement sensible à l'écrouissage à l'ambiante, ce sera l'acier A. Pour permettre certaines comparaisons, nous avons aussi retenu un acier mixte, austénitique-ferritique : l'acier B, et un acier purement ferritique; l'acier C. Les compositions et les natures des phases contenues dans ces trois aciers après un traitement d'hypertrempe, sont données dans le tableau I.

TABLEAU I

Composition et constitution des aciers étudiés

REPÈRES	Cr %	Ni %	C %	Mn %	Si %	S %	P %	Austénite %	Ferrite α ou δ %
A	17,8	9,24	0,06	0,77	0,30	0,014	0,017	100	—
B	19,45	4,06	0,08	6,70	0,26	0,021	0,015	40	60
C	17,4	—	0,12	0,50	0,25	0,017	0,015	—	100

Notre principale méthode d'investigation a été la diffraction des rayons X et pour notre étude nous avons dû :

— faire construire un appareil permettant d'obtenir des clichés pour le tracé des figures de pôles;

— mettre au point une méthode originale de dosage des phases au moyen des rayons X, dans les échantillons ayant une texture quelconque.

Le présent travail comprend quatre parties:

— *Première partie* : Les méthodes expérimentales.

Deuxième partie: Etude de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par écrouissage.

— *Troisième partie* : Le revenu de la phase α d'écrouissage.

— *Quatrième partie* : Etude critique des résultats expérimentaux. Théorie de la transformation.

PREMIERE PARTIE

Les méthodes expérimentales

CHAPITRE PREMIER

Détermination des orientations préférentielles par la diffraction des rayons X. Dosages

L'enregistrement des anneaux de diffraction donnés par un métal dans la méthode de Debye et Scherrer, permet, grâce aux renforcements caractéristiques d'intensité observés, de déterminer la texture de l'échantillon étudié :

— si la texture est de révolution, l'interprétation des diagrammes est en général aisée;
— si la texture est de révolution, mais complexe ou si elle n'est pas de révolution — cas des tôles laminées — il est nécessaire de tracer des figures de pôles complètes.

Dans tous les cas une préparation soignée de l'échantillon doit éviter la formation d'une couche écrouie dont l'existence perturberait les résultats. Dans une première partie, nous insisterons donc sur le mode d'obtention des échantillons à partir des alliages étudiés et sur le choix de longueurs d'onde les meilleures pour nos essais.

Dans un second paragraphe, nous verrons les méthodes de détermination qualitative des orientations préférentielles dans le cas des déformations à symétrie de révolution.

Nous envisagerons ensuite l'étude des textures de laminage des tôles : nous avons été conduits à mettre au point une chambre photographique permettant de tracer facilement les figures de pôles.

Cette chambre nous a servi également à l'étude quantitative des textures complexes de révolution. Ceci fera l'objet de la quatrième partie de ce chapitre.

Nous avons mis également au point une méthode de dosage des phases pour des échantillons possédant une texture, par l'emploi des rayons X.

I. — CONDITIONS GÉNÉRALES DES ESSAIS

a) Préparation des échantillons

Pour obtenir un échantillon convenable, un certain nombre d'impératifs doivent être respectés :

1. Extraire l'échantillon, en forme d'aiguille, suivant l'axe de symétrie de l'éprouvette de traction ou de compression et repérer cette direction pendant les diverses phases de l'usinage.

2. Supprimer toute trace d'écrouissage due à l'outil, donc terminer l'usinage par une dissolution électrolytique assez importante dans le réactif à l'acide perchlorique acétique (Jacquet).

3. Dans le cas de la déformation par compression, placer le sommet de l'aiguille au centre du cylindre comprimé, pour supprimer autant que possible le faible défaut d'homogénéité pouvant exister dans la déformation.

Suivant les cas, nous avons réalisé des aiguilles de 45/100 de mm de diamètre, obtenues par dissolution électrolytique à partir d'ébauche affinée à la lime jusqu'à 1 mm de diamètre, ou des aiguilles de 1 mm à 1,5 mm de diamètre obtenues à partir d'ébauches de 1,5 à 2 mm de diamètre. L'épaisseur des couches superficielles ainsi dissoutes par électrolyse nous a semblé correcte : dans tous les cas nous avons vérifié que des dissolutions électrolytiques plus poussées ne modifiaient pas les diagrammes de rayons X.

Pour une étude quantitative, l'aiguille doit, en outre, se terminer par une surface hémisphérique, comme nous le préciserons plus

loin. La dissolution électrolytique a tendance à amincir davantage l'extrémité de l'aiguille par effet de pointe, Il faut alors obtenir par usinage mécanique un échantillon terminé par un bout légèrement évasé.

Nous avons aussi utilisé des échantillons en forme de plaquettes amincies électrolytiquement juqu'à une épaisseur de 3 à 5/100 mm; elles sont alors transparentes aux rayons X.

Pour d'autres essais, enfin, nous avons prélevé dans nos échantillons des aiguilles radiales; nous avons alors toujours laissé solidaire de l'aiguille une pointe de métal dirigée suivant l'axe de la déformation et destinée à le matérialiser.

Pour l'étude des tôles nous avons toujours laissé attachées sur le même socle deux aiguilles prélevées l'une dans la direction du laminage, l'autre dans la direction transverse

b) Choix de la longueur d'onde

Les alliages étudiés sont fortement chargés en chrome et contiennent du nickel et même du manganèse; par suite un rayonnement de faible longueur d'onde excitera facilement la fluorescence des échantillons. Nous avons tracé (fig. 1) pour nos alliages les courbes des coefficients d'absorption à partir des valeurs données dans les tables [10] :

— Pour des longueurs d'onde assez courtes, l'absorption de l'échantillon étant faible il suffira d'arrêter juste avant le film les rayonnements dus à la fluorescence de l'échantillon, à l'aide d'une feuille d'aluminium de 8/100 mm ou, mieux encore, en interposant un film photographique jouant le rôle d'écran absorbant pour les rayonnements parasites.

Dans de telles conditions — avec un film formant écran — le temps de pose est de 6 heures pour un échantillon en forme d'aiguille de 45/100 mm de diamètre (pour une tension de 45 kV, et 7 mA de débit électronique) ; pour une plaquette mince le temps de pose peut être ramené à 4 h. 30.

— Pour des longueurs d'onde intermédiaires, telles que celles du cuivre, du nickel, du cobalt, ou du fer, l'absorption de l'échantillon devenant très grande et la fluorescence du métal étant toujours excitée, l'utilisation des anticathodes correspondantes est impossible dans nos essais.

— Dans l'échelle des longueurs d'onde, il faut atteindre la valeur λ_{Ka} du chrome pour éliminer les inconvénients provenant de l'excitation de la fluorescence de l'échantillon.

Mais alors la faible intensité du rayonnement diffracté et l'absorption dans l'air obligent à des temps de pose assez longs. Ainsi

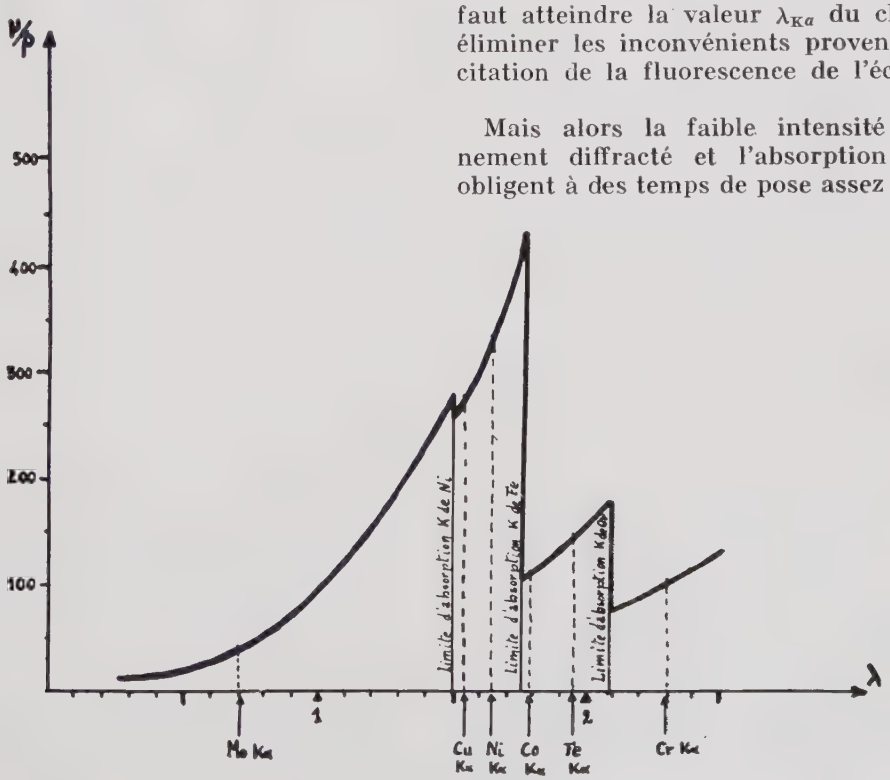


FIG. 1
Coefficient massique d'absorption de l'acier 18-8 en fonction de la longueur d'onde du rayonnement X.

pour une aiguille de 1 mm de diamètre, avec l'anticathode de chrome, et dans le cas d'un diagramme Debye et Scherrer ordinaire, le temps de pose correct est de 4 heures (pour une tension de 40 kV et 6 mA de débit électronique). Il est beaucoup plus long pour un diagramme polaire (cf. p. 24).

En outre, le choix de la longueur d'onde conditionne les dimensions géométriques des échantillons :

— Pour une grande longueur d'onde, la pénétration du rayonnement X étant faible, c'est surtout une valeur élevée de la surface irradiée qui donne des clichés suffisamment contrastés. Il faut donc choisir une aiguille grosse, placée dans un faisceau d'ouverture relativement large.

— Pour une longueur d'onde courte (celle du molybdène par exemple), il faut un échantillon très petit.

Compte tenu de toutes ces considérations, nous avons utilisé soit la longueur d'onde du molybdène, pour des aiguilles de 45/100 mm ou des plaquettes de 3 à 5/100 mm d'épaisseur, soit la longueur d'onde du chrome pour des aiguilles de 1 mm à 1,5 mm de diamètre, Pour quelques essais particuliers, nous avons utilisé la longueur d'onde du cuivre.

Pour les différentes longueurs d'onde retenues pour nos essais, les angles de Bragg sont donnés dans le tableau II; tous les éléments de ce tableau ont été calculés à partir des mailles de l'austénite et de la phase α_e, dont les valeurs précises ont été déterminées par nous. (Cf. annexe I à la fin de ce chapitre.)

Tableau II

Distances réticulaires et angles de Bragg de l'austénite et de la phase α d'écrouissage des aciers 18/8

Mailles : $a_\gamma = 3{,}595$ $a_\alpha = 2{,}882$

Indices des plans		Facteur de multiplicité	Distances réticulaires	Angles de Bragg pour les rayonnements				
Phase γ	Phase α			Mo Kα	Cu Kα	Co Kα	Fe Kα	Cr Kα
(111)		8	2,075	9° 53'	21° 49'	25° 33'	27° 49'	33° 30'
	(110)	12	2,038	10° 02'	22° 19'	26° 03'	28° 23'	34° 12'
(200)		6	1,797	11° 24'	25° 24'	29° 51'	32° 37'	39° 36'
	(200)	6	1,441	14° 17'	32° 20'	38° 21'	42° 14'	52° 38'
(220)		12	1,271	16° 18'	37° 20'	44° 46'	49° 39'	64° 19'
	(211)	24	1,176	17° 34'	40° 58'	49° 33'	55° 27'	76° 54'
(311)		24	1,084	19° 08'	45° 20'	53° 52'	63° 20'	
(222)		8	1,037	20° 02'	48° 01'	59° 40'	69° 05'	
	(220)	12	1,019	20° 23'	49° 09'	61° 27'	71° 55'	
	(310)	24	0,911	22° 57'	57° 46'	79° 20'		
(400)		6	0,898	23° 18'	59° 09'	85° 35'		
	(222)	8	0,832	25° 17'	67° 55'			
(331)		24	0,825	25° 32'	69° 08'			

II. — ETUDE QUALITATIVE DES TEXTURES DE RÉVOLUTION

Nous avons employé des échantillons de petites tailles (aiguilles de 45/100 mm ou plaquettes de 3/100 mm), et le rayonnement court du molybdène. Dans ces conditions, un diagramme DS sur film plan placé à une distance de l'échantillon de 4 à 8 cm donne des anneaux de petit diamètre (les angles de Bragg étant faibles); les renforcements observables sur ces anneaux font avec la verticale un angle égal à très peu près à celui fait par les normales aux plans réfléchissants avec l'axe de texture.

$$\cos \rho = \cos \alpha ; \rho \# \alpha$$

Dans le cas d'angles de diffraction de valeurs plus élevées, nous avons utilisé la formule exacte (fig. 2) :

$$\cos \rho = \cos \alpha \times \cos \theta$$

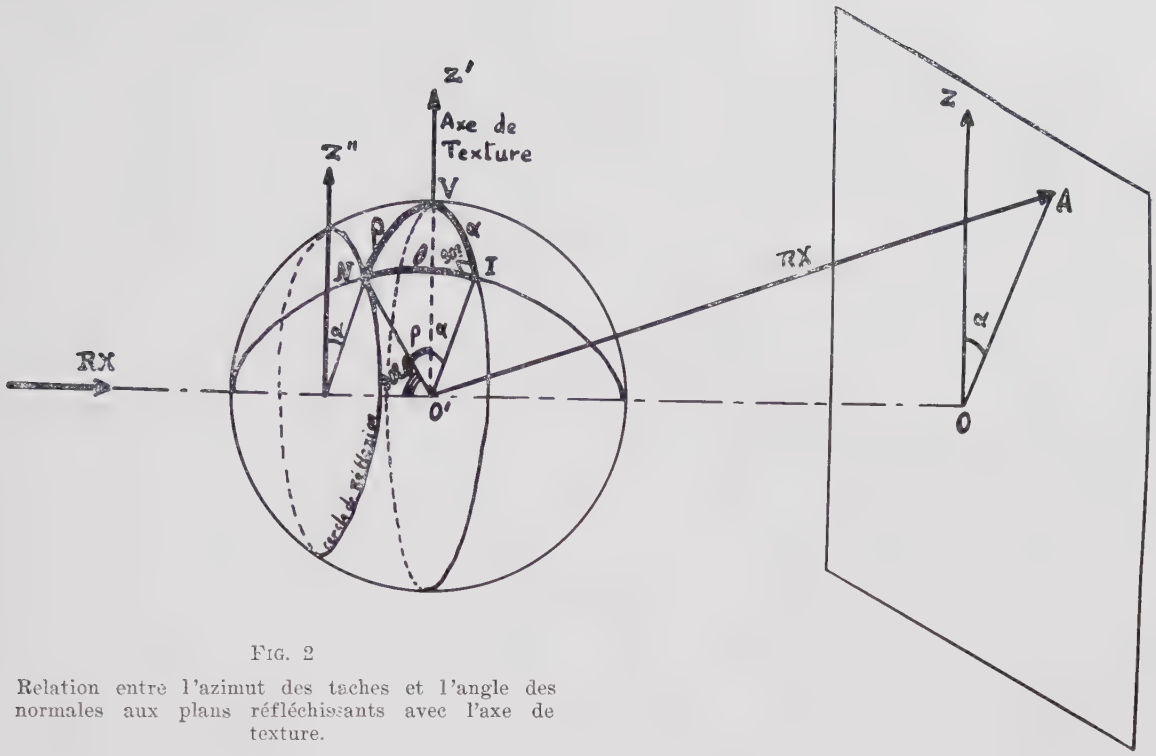


FIG. 2

Relation entre l'azimut des taches et l'angle des normales aux plans réfléchissants avec l'axe de texture.

TABLEAU III

Angles des normales aux plans diffractants avec l'axe de fibre.

Axes de fibre

Plans diffractants	100	110	111	210
100	0° 90°	45° 90°	54°44'	26° 34' 63° 26' 90°
110	45° 90°	0° 60° 90°	35°16' 90°	18° 26' 50° 46' 71° 34'
111	54°44'	35°16' 90°	0° 70°32'	39° 14' 75° 02'
210	26°34' 63°26' 90°	18°26' 50°46' 71°34'	39°14' 75°02'	0° 36° 52' 53° 08' 66° 25' 78° 28' 90°
211	35°16' 65°54'	30° 54°44' 73°13' 90°	19°28' 61°52' 90°	24° 06' 43° 05' 56° 47' 79° 29' 90°
221	48°11' 70°32'	19°28' 45° 76°22' 90°	15°48' 54°44' 78°54'	26° 34' 41° 49 53° 24' 63° 26' 72° 39' 90°
310	18°26' 71°34' 90°	26°34' 47°52' 63°26' 77°05'	43°05' 68°35'	8° 03' 32° 06' 45° 64° 54' 73° 34' 81° 52'
311	25°14' 72°27'	31°29' 64°46' 90°	29°30' 58°31' 79°58'	19° 17' 47° 36' 66° 08' 82' 15'
320	33°41' 56°19' 90°	11°19' 53°58' 66°54' 78°41'	61°17' 71°19'	7° 07' 29° 45' 41° 55' 60° 15' 68° 09' 75° 38' 82° 53'
321	36°43' 57°42' 74°30'	19°06' 40°54' 55°28' 67°48' 79°06'	22°12' 51°53' 72°01' 90°	17° 01, 33° 13' 53° 18' 61° 26' 70°13' 83°08' 90°

Le diagramme obtenu permet de distinguer les anneaux de diffraction des deux phases γ et α_e, sauf les anneaux $(111)\gamma$ et $(110)\alpha_e$ pratiquement confondus.

Les textures trouvées ont été vérifiées sur les anneaux successifs jusqu'au cinquième anneau environ. Le tableau III donne les angles des divers axes de fibres possibles et des normales aux plans diffractants [11].

On distingue bien par cette méthode les textures si elles sont simples. Si pour l'une des phases, existe une texture double, il faut pouvoir séparer plus nettement les premiers anneaux $(111)\gamma$ et $(110)\alpha_e$: en utilisant la longueur d'onde $\lambda_{K\alpha}$ du cuivre avec double film ou la longueur d'onde $\lambda_{K\alpha}$ du chrome; seuls les deux anneaux $(111)\gamma$ et $(110)\alpha_e$ apparaissent, mais ils sont bien séparés.

Si la texture est encore plus complexe (nous avons trouvé une texture triple) l'analyse quantitative permet seule de résoudre la question.

III. — TEXTURES DES TOLES LAMINÉES. CHAMBRE DE DIFFRACTION POUR FIGURES DE POLES

Dans le cas des tôles laminées, il est nécessaire de tracer des figures de pôles, pour analyser, même qualitativement les textures.

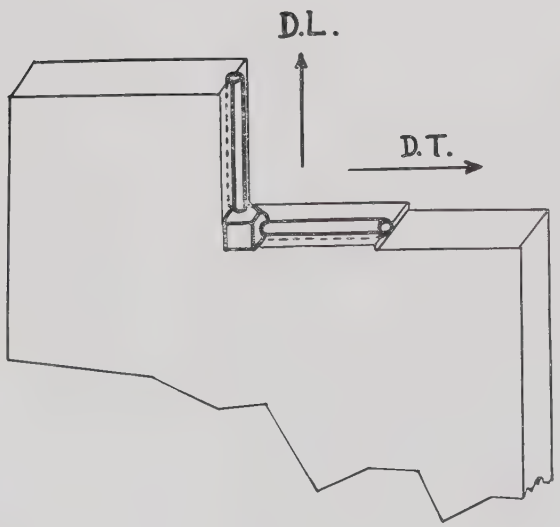


FIG. 3
Prélèvement des échantillons dans une tôle.

Les différents impératifs expérimentaux étant contradictoires, les possibilités de choix des conditions de l'essai sont très réduites; il faut en effet :

— Utiliser une longueur d'onde assez courte pour explorer au maximum la sphère des pôles;

— Mais assez élevée pour ne pas exciter la fluorescence des divers éléments constitutifs des aciers étudiés;

— Séparer les premiers anneaux $(111)\gamma$ et $(110)\alpha_e$ les plus caractéristiques pour déterminer la texture.

La première condition nécessiterait l'emploi de $\lambda_{K\alpha}$ du molybdène, les deux autres celui de $\lambda_{K\alpha}$ du chrome. Notre choix s'étant porté sur ce dernier rayonnement afin de séparer les anneaux, l'exploration complète de la sphère des pôles exige l'étude de deux échantillons : une aiguille parallèle à la direction de laminage et une aiguille perpendiculaire à cette direction et contenue dans le plan de la tôle (fig. 3); la direction définie par cette dernière aiguille sera appelée transverse.

Le choix de la longueur d'onde étant fait, il faut pouvoir disposer d'une chambre photographique capable d'enregistrer les diagrammes successifs pour des positions variées de l'échantillon. Les premiers anneaux $(111)\gamma$ et $(110)\alpha_e$, dans nos conditions d'essai correspondent à des angles de Bragg de 33° 30' et 34° 12', c'est-à-dire environ 34°. Les rayons diffractés sont donc déviés d'environ 68° à partir de la direction initiale du faisceau.

Une chambre photographique plane ou pseudo-plane, comme celle de M. Guinier [12], n'est donc pas utilisable ici; nous avons dû faire réaliser une chambre cylindrique coaxiale ou faisceau (fig. 4). A notre connaissance il n'existe pas d'autre chambre de ce type en France *.

a) Description de la chambre pour figures de pôles (fig. 4, 5, 6, a et b)

Schématiquement la chambre se réduit à :

— Un bâti (A) comprenant le support mobile de l'échantillon (E) et le système de collimation (F);

— Un sélecteur d'anneau (B);

* Notons que le principe de ces chambres de diffraction avait été indiqué par O. Kratky [13] dès 1930.

— Une chambre photographique cylindrique coaxiale au faisceau et mobile d'un mouvement de translation (C).

LE BATI (A). — Toute la géométrie de la chambre est repérée par rapport à l'échantillon (E) ; celui-ci est supporté par une tige verticale montée sur roulements à billes et peut tourner autour d'un axe vertical.

Le bâti supporte également le collimateur (un jeu de collimateurs interchangeables permet d'obtenir des faisceaux d'ouvertures variées) ; celui-ci peut se déplacer parallèlement à lui-même dans deux directions perpendiculaires, l'une horizontale, l'autre verticale, et tourner autour de deux axes orthogonaux situés dans un plan perpendiculaire au faisceau incident (F).

LE SELECTEUR D'ANNEAUX (B). — Il se compose d'un cylindre de 60 mm de diamètre, à génératrices parallèles au faisceau incident

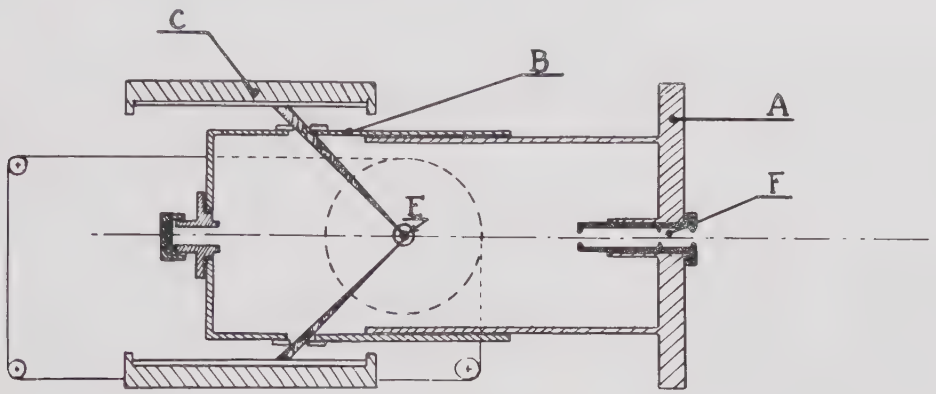


FIG. 4
Principe de la chambre pour l'obtention des figures de pôles.

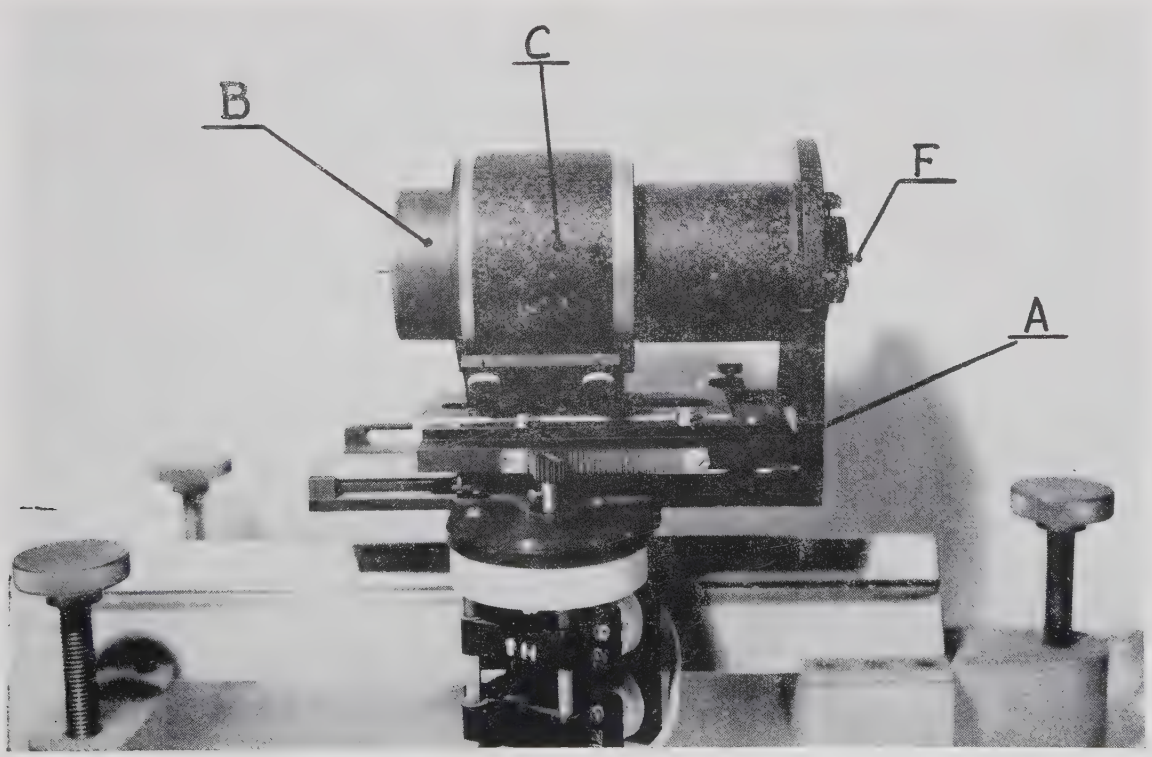
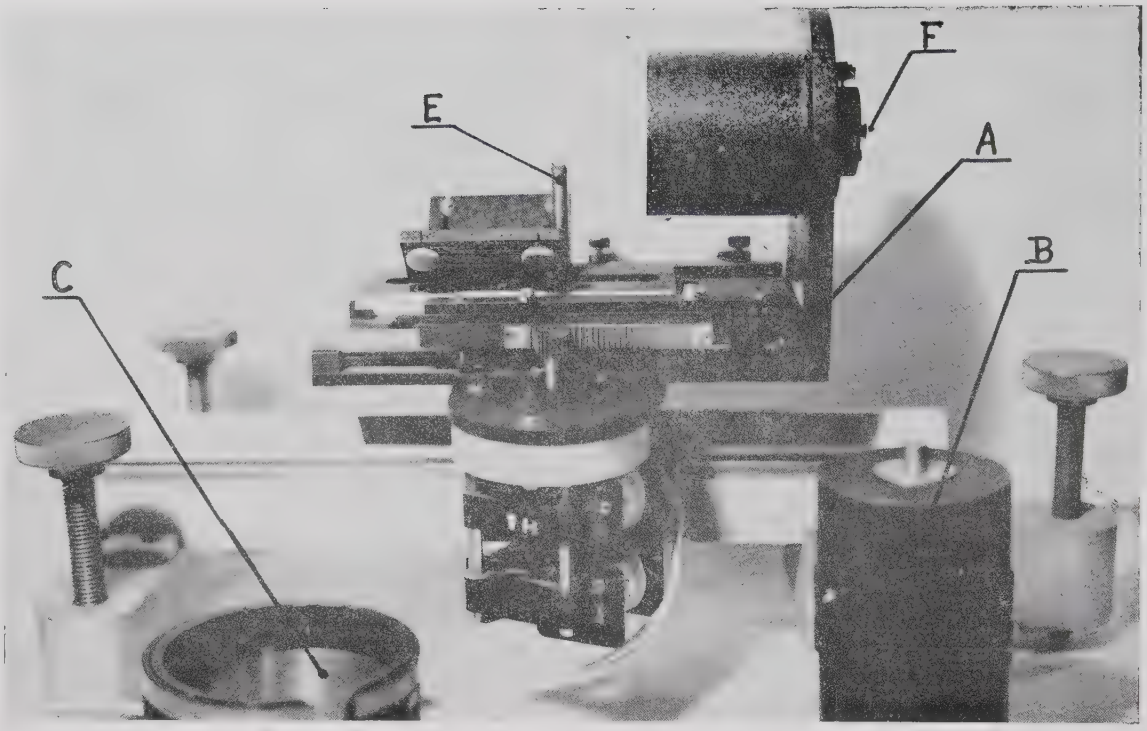
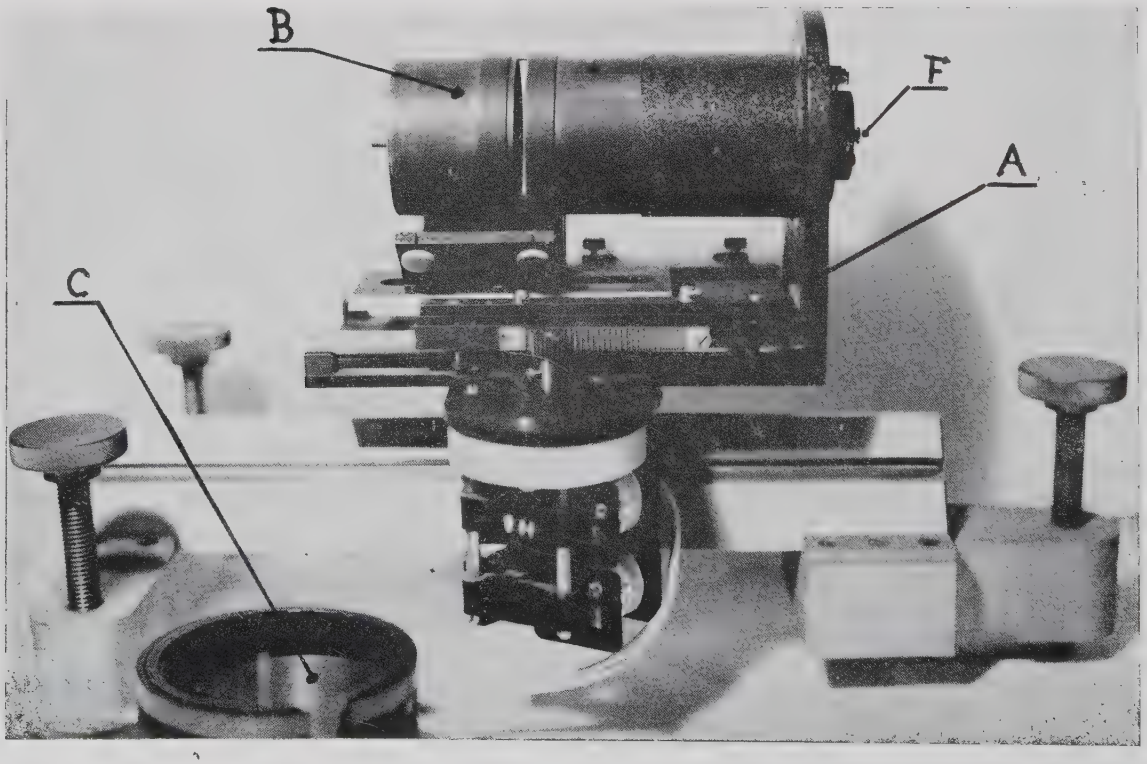


FIG. 5
Chambre photographique pour l'obtention des figures de pôles. — Vue d'ensemble en position de marche.



a) La chambre photographique et le cache-sélecteur sont démontés.



b) Le cache-sélecteur est monté seul.

FIG. 6
Chambre photographique pour l'obtention des figures de pôles.

et muni d'une fente de largeur réglable (de 0 à 4 mm) située dans un plan perpendiculaire à l'axe du faisceau.

Cette fente devrait être idéalement un cercle complet, mais pour assurer la solidité de l'ensemble et la solidarité des deux moitiés du cylindre, il subsiste trois languettes de 8 mm de large.

Le sélecteur coulisse dans son support cylindrique, ce qui permet de sélectionner des anneaux correspondant à des angles de Bragg de 25° à 65°.

LA CHAMBRE PHOTOGRAPHIQUE (C). — La chambre photographique de diamètre intérieur $\Phi_i = 76$ mm, est posée sur un plateau par l'intermédiaire d'un V muni de quatre vis calantes utilisables pour les réglages. Elle entoure, sans le toucher, le cylindre sélecteur d'anneaux. Le plateau est posé sur deux glissières qui lui permettent de se déplacer d'un mouvement de translation parallèle au faisceau de rayons X. Les extrémités du déplacement de translation, ainsi que l'amplitude de ce mouvement sont réglables.

FONCTIONNEMENT ET REGLAGE. — Un moteur électrique à deux sens de marche attaque par l'intermédiaire d'une crémaillère, le plateau supportant la chambre photographique. Deux index réglables actionnant un inverseur, permettent un mouvement alternatif ininterrompu.

Le plateau mobile comporte une seconde crémaillère, celle-ci attaque un pignon solidaire de l'axe vertical supportant l'échantillon; le synchronisme entre le mouvement de translation du film photographique et la rotation de l'échantillon est ainsi assuré. La démultiplication est telle que pour une rotation de 90° le film se déplace de 36 mm, soit 0,4 mm par degré, ce qui est largement suffisant.

Le réglage préliminaire de l'ensemble, fait une fois pour toutes, est assez délicat. La chambre est conçue pour recevoir des échantillons en forme d'aiguille de 1,5 cm de hauteur : il suffit donc de placer une telle pièce aussi exactement que possible sur l'axe de rotation du porte-échantillons et d'amener ensuite l'impact du faisceau de rayons X sur le sommet de l'aiguille.

Le cache sélecteur d'anneau est muni, dans sa partie postérieure, d'un réticule amovible constitué par deux fils fins de laiton disposés en croix. L'axe du cache est, par construction, parallèle à l'axe de translation de la chambre. Pour vérifier le parallélisme de l'axe du faisceau défini par le collimateur, et de l'axe de la chambre, on devra s'assurer de la coïncidence, sur un écran fluorescent, du sommet de l'échantillon et du point de croisement des fils du réticule. Des corrections pourront éventuellement être apportées, en agissant par moitié sur le réglage en translation et par moitié sur le réglage en orientation du collimateur.

Dans la suite des opérations, il est maintenant nécessaire de s'assurer que la chambre photographique est coaxiale au faisceau défini par le collimateur. En obturant successivement les deux extrémités de la chambre, par des couvercles ajustés, percés en leur centre d'un trou de 0,5 mm de diamètre, et en agissant sur les deux vis correspondant au côté de l'appareil en cours de réglage, on peut amener le trou du cache dans l'axe du faisceau et voir l'ombre de l'échantillon au centre de la tache; en procédant de la sorte d'un côté et de l'autre de l'appareil, on termine le réglage.

Il faut ensuite ajuster le tirage du cache pour sélectionner l'anneau choisi et régler la position de la chambre photographique en fin de course, pour enregistrer la totalité du diagramme dans les limites du film.

Vérification peut être effectuée, en prenant un cliché de diffraction sans actionner le mécanisme de translation. Pour un réglage de 40 kV et 6 mA, on obtient un cliché correct au bout d'une heure. Si le réglage a été correctement exécuté l'ombre du cache donnée par le voile de fond est un rectangle parfait de 4 mm de largeur et, à l'intérieur, l'anneau de diffraction est parfaitement rectiligne et parallèle au grand côté du rectangle.

UTILISATION DE LA CHAMBRE. — Pour un échantillon cylindrique de 1 mm de diamètre, la largeur des anneaux $(111)_\gamma$ et $(110)_{\alpha_e}$ obtenus avec le rayonnement $\lambda_{K\alpha}$ du chrome, est d'environ 0,5 mm; ces deux anneaux sont distants de 1,2 mm et se distinguent parfaitement l'un de l'autre. Un réglage correct du cache sélecteur permet donc de retenir l'un des deux anneaux seulement.

Mais alors l'opérateur se heurte à deux difficultés importantes :

— Le temps de pose — une heure avec chambre fixe — devra être considérablement augmenté lorsque la chambre est mobile. En

effet une rotation de 90° de l'échantillon correspondant à un déplacement de 36 mm pour la chambre, pour qu'un anneau de 0,5 mm de largeur soit correctement posé, le temps de pose doit être multiplié par 36/0,5 = 72. L'expérience durerait alors 72 × 1 heure, c'est-à-dire trois jours.

— En outre, le fond continu sera beaucoup trop posé. La largeur de la fente du cache correspondant à 4 mm sur le film, pour que l'intensité du fond reste la même que dans un enregistrement avec chambre fixe, il faudrait utiliser un temps de pose de 36/4 = 9 heures. Pour un temps de pose de 72 heures, le fond sera alors 72/9 = 8 fois plus intense que pour un diagramme obtenu la chambre étant fixe. Le cliché sera complètement voilé.

On peut tourner cette seconde difficulté en réduisant au maximum la largeur de la fente du cache sélecteur : c'est ce qui a été fait pour les échantillons à phase unique.

Ce procédé n'est pas applicable aux échantillons contenant à la fois de la phase γ et de la phase α_e, le contraste des deux anneaux étant moins accusé par rapport au fond continu que dans le cas de l'anneau unique d'une phase unique.

Nous avons préféré alors réaliser un montage permettant de faire des poses fixes successives correspondant à des positions de l'échantillon de 10 en 10 degrés entre 0° et 90°. Cette méthode présente les avantages suivants :

— Il suffira de faire 10 poses de 1 heure chacune, soit 10 heures au total, au lieu des 72 heures nécessaires dans la rotation continue.

— La difficulté signalée concernant le mauvais contraste des anneaux par rapport au fond continu est supprimée.

En outre, il n'est plus nécessaire de séparer les deux anneaux $(110)\alpha_e$ et $(111)\gamma$ voisins sur le film, d'où l'avantage supplémentaire de pouvoir comparer les intensités relatives des anneaux et d'atteindre par là les pourcentages des deux phases.

Le montage nécessaire à ces expériences est réalisé de la façon suivante (fig. 7) :

Sur le plateau de la chambre, une came en dents de scie commande un inverseur (n° 1), la largeur des dents correspondant à un déplacement de 4 mm. Cet inverseur est monté en « va-et-vient » avec un autre inverseur (n° 2) commandé par une cale circulaire effectuant un tour complet en 4 heures. Le profil de la came est tel qu'à chaque quart de tour, elle actionne l'inverseur n° 2 dans un sens ou dans l'autre.

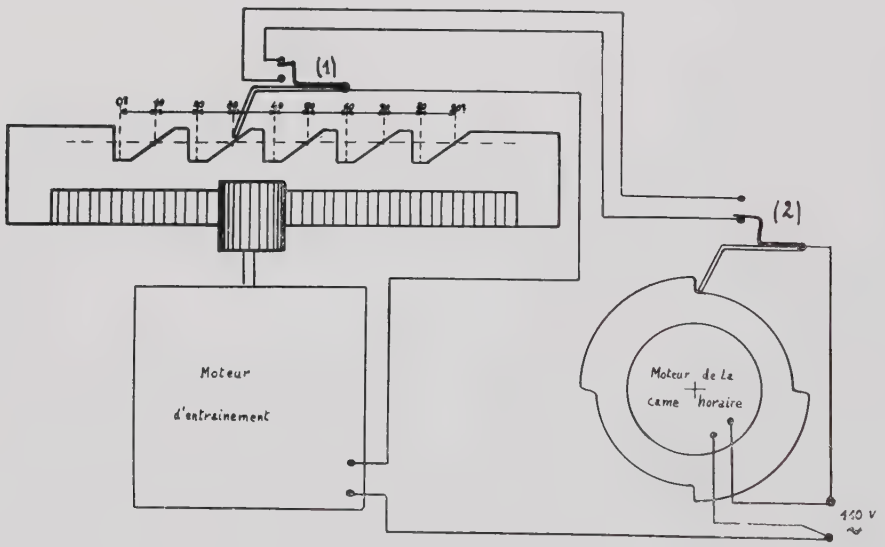


FIG. 7
Schéma de principe du système permettant des poses discontinues.

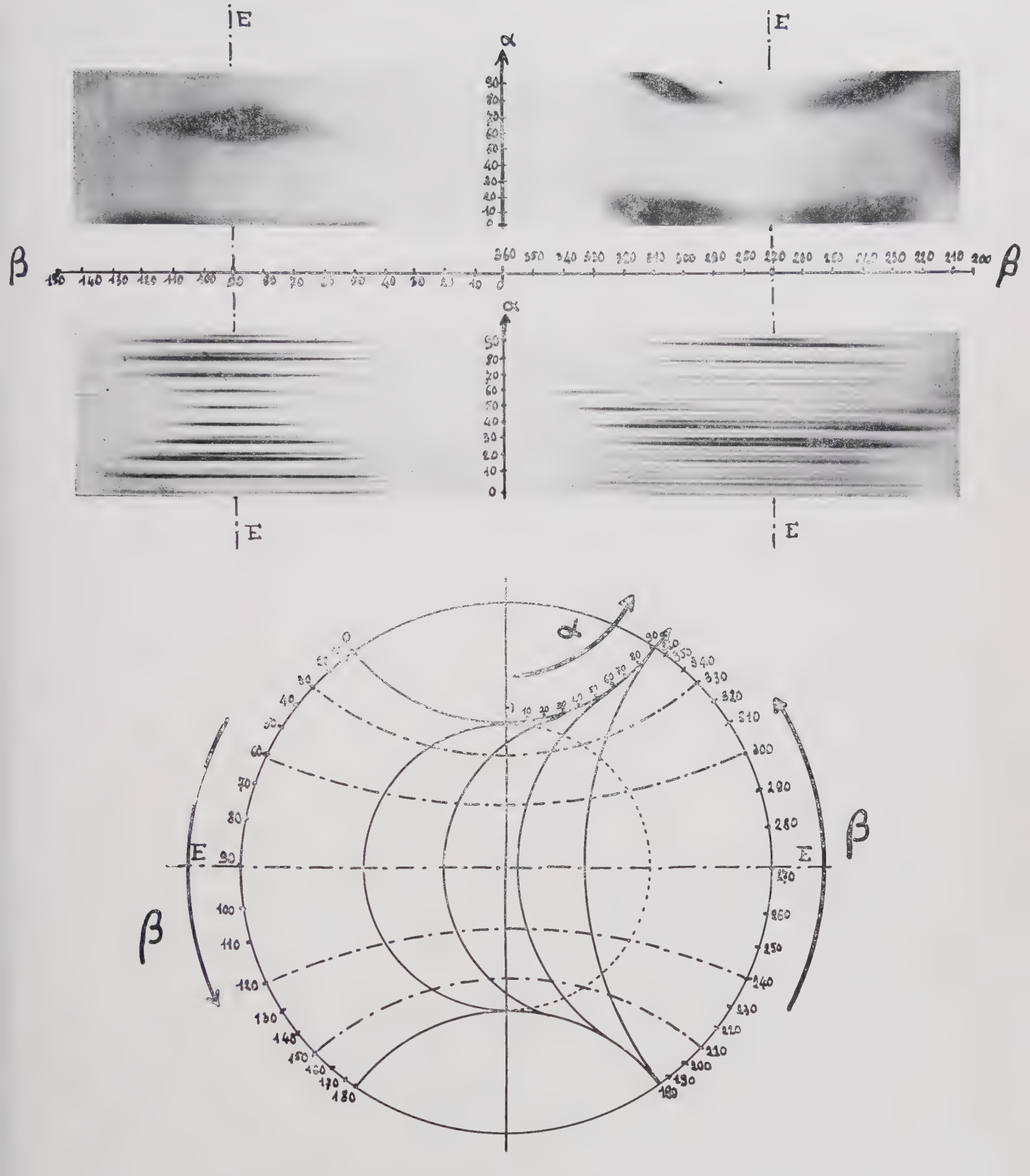


FIG. 8

Repérage des clichés et correspondance sur la sphère des pôles.

Lorsque la came circulaire actionne l'inverseur n° 2 (tous les quarts de tour), le plateau de la chambre se déplace jusqu'à ce que la came en dents de scie commande l'inverseur n° 1 (le plateau mobile de la chambre s'est alors déplacé de 4 mm). Puis, l'inverseur n° 2 entre en action à nouveau au bout d'une heure (1/4 de tour suivant). Si l'on veut modifier le temps de pose, il suffit de changer la démultiplication du moteur d'entraînement de la came circulaire.

On peut aisément s'assurer que l'intensité du rayonnement ne varie pas au cours de l'expérience, en mesurant sur le cliché les intensités des fonds continus.

b) Tracé des figures de pôles
Figures de pôles quantitatives

Etant donné la contruction de la chambre photographique le cliché une fois déroulé (fig. 8) donne en abcisse l'azimut sur le cercle de réflexion et l'ordonnée indique la position de l'échantillon, c'est-à-dire la position du cercle de réflexion, sur la sphère des pôles. Suivant les cas, l'ordonnée sera continue ou discontinue de 10 en 10°. Compte tenu du fait que le plan de laminage est un plan de symétrie et la direction de laminage une direction de symétrie, la sphère des pôles est décrite parfaitement à l'exclusion de deux calottes sphériques contenues dans un cône de demi-angle au sommet égal à l'angle de Bragg θ.

Pour achever de décrire la sphère des pôles, il faut utiliser le cliché donné par une aiguille perpendiculaire à la première, les calottes inexplorées sont alors situées autour de l'axe transverse, situé à 90° de l'axe de laminage. Ainsi les zonès précédemment inexplorées seront atteintes; la partie commune aux deux clichés permet de vérifier la coïncidence des échelles des intensités.

On peut dire que les figures de pôles obtenues sont quantitatives : il est possible de chiffrer les densités des pôles en valeurs relatives grâce aux enregistrements effectués à l'aide d'un microdensitomètre Vassy. Pour tenir compte d'une des deux symétries, nous avons plié les films (fig. 8) suivant l'équateur E de la sphère des pôles et nous avons fait des mesures de noircissement sur les deux épaisseurs du film. Ceci simplifie le tracé de la figure de pôles.

Avant toute mesure, il faut s'assurer de la validité de celle-ci, en déterminant entre quelles limites de densités de noircissement le film donne une courbe de réponse linéaire; nous avons effectué un diagramme de noircissement sur un film Ilford G, film utilisé dans nos expériences (fig. 9).

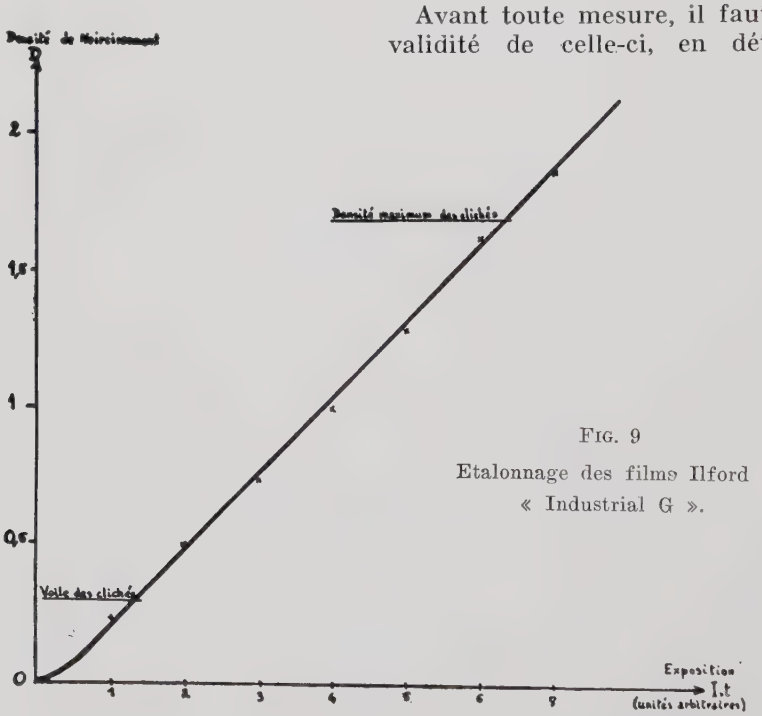


FIG. 9
Etalonnage des films Ilford : « Industrial G ».

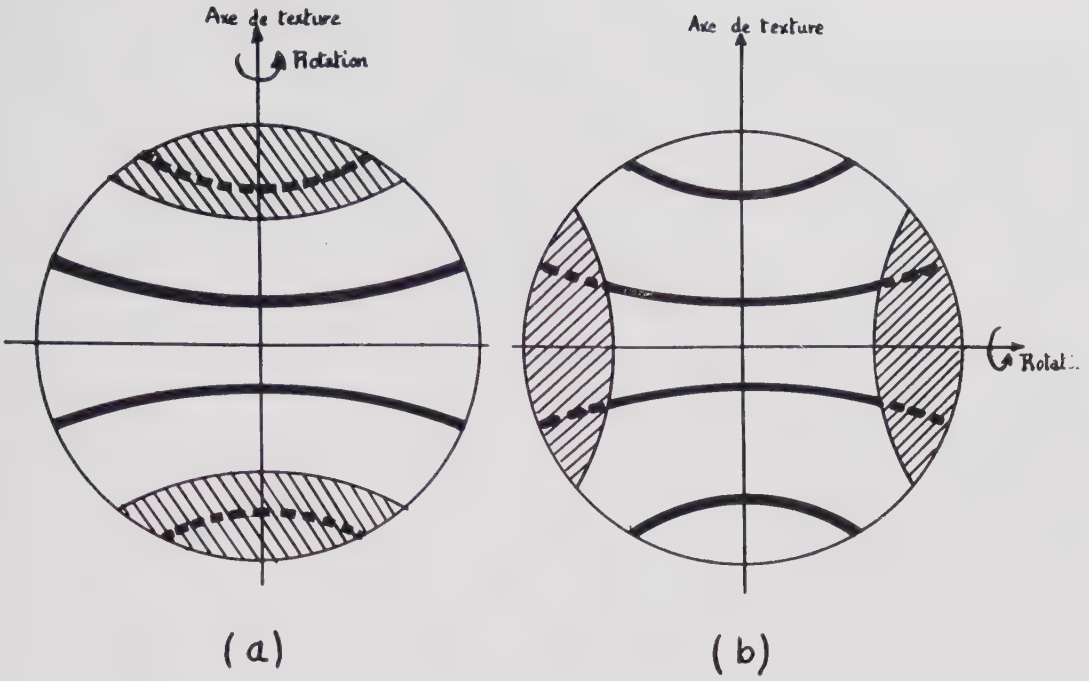


FIG. 10

Description de la sphère des pôles :

a) Aiguille axiale. b) Aiguille radiale.

IV. — ÉTUDE QUANTITATIVE DES TEXTURES DE RÉVOLUTION CAS DES TEXTURES COMPLEXES

a) Principe de la méthode

Dans le cas de textures de révolution, il suffit de connaître la répartition des intensités le long d'un méridien de la sphère des pôles. Pour un échantillon parallèle à l'axe de révolution et placé perpendiculairement au faisceau de rayons X, il y aura sur la sphère des pôles une zone inexplorée, au voisinage de l'axe de texture (fig. 10 *a*). Pour un échantillon prélevé perpendiculairement à l'axe de texture suivant un rayon, la sphère des pôles sera décrite d'une manière toute différente (fig. 10 *b* et 11) et, si la texture est bien de révolution, l'existence des zones inexplorées ne sera plus préjudiciable à l'interprétation de l'expérience.

Nous avons utilisé la chambre pour figures de pôles décrite plus haut. En photométrant le long d'un méridien de la sphère des pôles, on peut obtenir la répartition des intensités le long de celui-ci. Les figures de pôles ont été tracées pour les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_{\alpha_e}$.

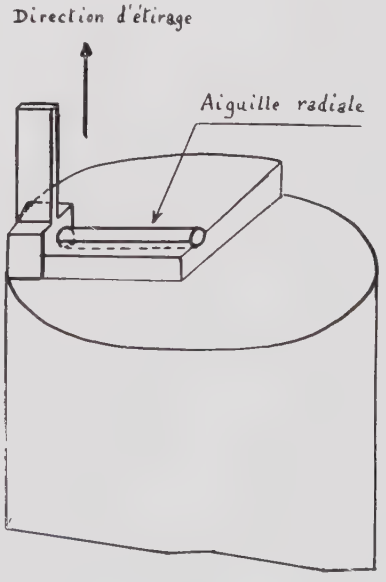


FIG. 11

Prélèvement d'une aiguille radiale.

b) Interprétation des diagrammes

Dans le cas où les textures sont déjà connues *qualitativement* par des diagrammes DS préalables, il est possible de déterminer le pourcentage (en volume) des cristaux tendant vers telle ou telle de ces textures: on trace les courbes théoriques d'intensité le long du méridien, pour chacune des textures considérées, en prenant des répartitions suivant la loi de Gauss et en supposant les intensités des textures égales (fig. 12). Chacune des courbes est ensuite affectée d'un coefficient I_1, I_2, etc., et les ordonnées des courbes ainsi obtenues sont ajoutées. On obtient alors la courbe somme des précédentes, que l'on compare à la courbe expérimentale. En modifiant les valeurs de I_1, I_2, etc., et moyennant un petit nombre d'essais, on arrive à reproduire avec une assez bonne précision, la courbe expérimentale. Les valeurs de I_1, I_2, etc., sont les intensités des textures.

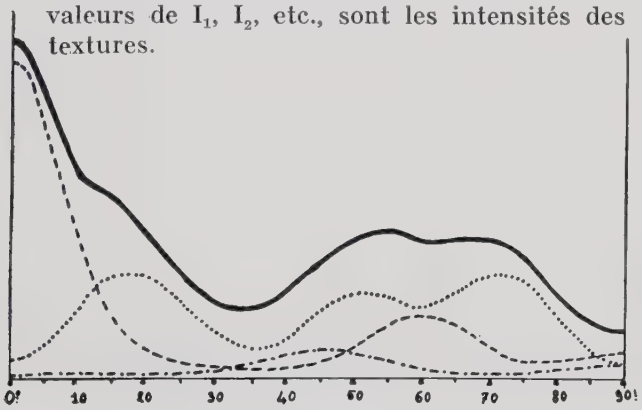


FIG. 12

Courbes théoriques de densités de noircissement pour les pôles des plans $(110)\alpha$.

Orientation <210> (intensité relative 100) : . . . . . .
Orientation <110> (intensité relative 45) : - - - - - -
Orientation <100> (intensité relative 30) : —.—.—
Somme des trois courbes précédentes : ————

c) Cas des textures complexes

Dans le cas des textures complexes, où toutes les orientations préférentielles ne peuvent être déterminées avec sûreté par la méthode DS classique, la méthode décrite ci-dessus permet, connaissant la ou les textures les plus nettes :

— de vérifier que ces textures ne correspondent pas parfaitement à la courbe expérimentale;

— de trouver, après quelques tâtonnements, quelle texture « rajouter » pour décrire complètement et avec précision la courbe expérimentale.

Nous avons ainsi pu montrer l'existence d'une texture triple d'étirage, pour la phase α_e, les deux plus nettes étant assez marquées pour être trouvées par la simple méthode DS, la troisième n'ayant été décelée que grâce au procédé exposé dans ce paragraphe (fig. 12).

V. — DOSAGES PAR RAYONS X

a) Généralités

Lorsqu'un alliage possède une texture d'orientation, le dosage d'une phase par les rayons X nécessite habituellement le tracé complet de la figure de pôles, et l'intégration de l'intensité sur toute l'étendue de cette figure. Cette opération est malaisée.

Même dans le cas plus simple d'une texture de révolution, l'intégration le long d'un anneau complet n'est pas suffisante : il existe toujours sur la sphère des pôles une zone inexplorée correspondant à une calotte sphérique d'angle θ (fig. 10).

b) Description de la méthode dans le cas d'une texture de révolution

Nous avons utilisé la méthode originale suivante :

L'échantillon en forme d'aiguille est prélevé perpendiculairement à l'axe de texture (fig. 10, 11), suivant un rayon et tourne autour de cet axe; de cette manière, compte tenu de la symétrie de révolution, la figure de pôles est complète. L'intensité, intégrée tout le long d'un méridien, est proportionnelle à la quantité de phase à doser.

Nous avons pensé exécuter un enregistrement direct sur un même cliché fixe, de la somme des intensités tout le long d'un méridien de la sphère des pôles. Il faut alors considérer qu'un parallèle de la sphère des pôles, correspondant à un angle de colatitude α, a une longueur égale à 2π R Sin α (R étant le rayon de la sphère), et, par suite, les in-

tensités mesurées le long d'un méridien, doivent être multipliées par Sin α (fig. 13).

Pour réaliser cette condition, il suffit que le temps de pose varie avec la position de l'échantillon comme 1/Sin α; la position initiale de l'axe de texture fait avec le faisceau incident un angle $\beta = \frac{\pi}{2} - \theta$ et l'angle α est à chaque instant l'angle de l'axe de texture avec sa position initiale. Le mouvement peut être réalisé par une simple manivelle entraînée par un fil se déplaçant à vitesse linéaire constante (fig. 14). L'opérateur se heurte alors à deux difficultés :

— Pour $\alpha = 0$, la vitesse angulaire de la manivelle 1/Sin α est infinie. Il suffit de décaler légèrement la position initiale de la manivelle pour éviter cet inconvénient, tout en commettant, d'après nos essais, une erreur négligeable;

— Au cours du mouvement, le fil ne reste pas parallèle à lui-même. Avec un fil suffisamment long, cette seconde cause d'erreur est éliminée.

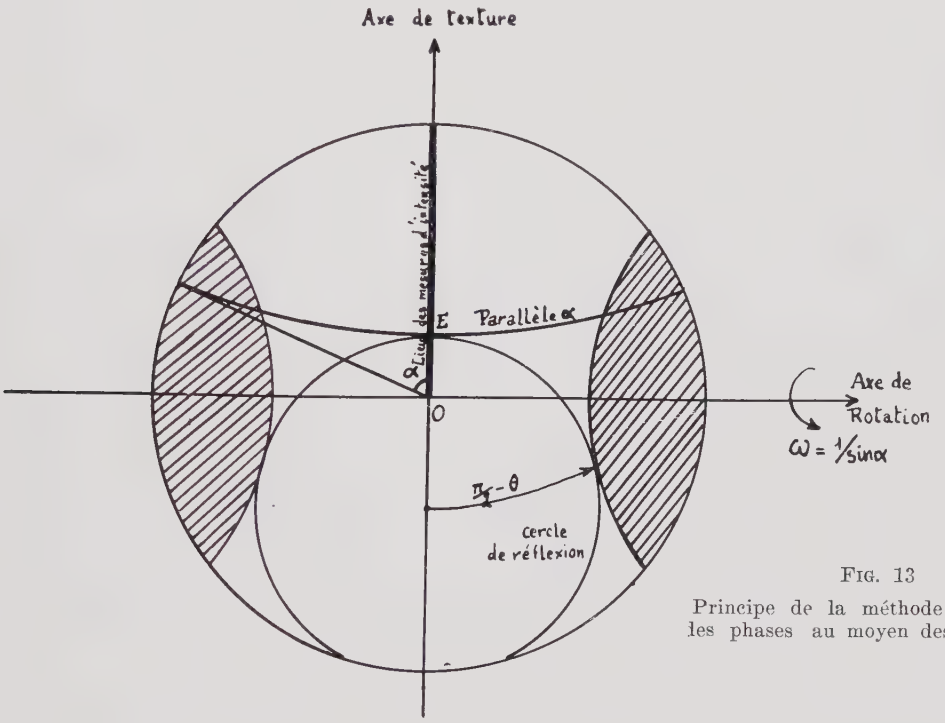


FIG. 13
Principe de la méthode de dosage les phases au moyen des rayons X.

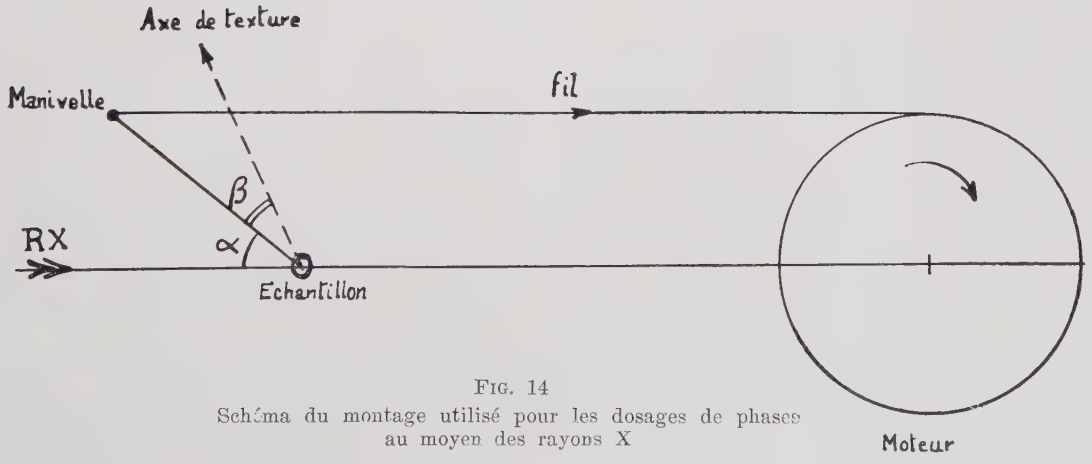


FIG. 14
Schéma du montage utilisé pour les dosages de phases au moyen des rayons X

c) Calcul des proportions de chaque phase [14]

La formule générale donnant l'intensité du rayonnement diffracté par la famille de plans (h, k, l), dans la méthode DS est :

$$I = I_o \times \frac{e^4}{m^2 c^4} \times \frac{1 + \mathrm{Cos}^2 2\theta}{2} \times \frac{\lambda^3}{16 \pi r \, \mathrm{Sin}^2 \theta \, \mathrm{Cos} \, \theta} \times F^2_{(h\,k\,l)} \times n_{(h\,k\,l)} \times \frac{1}{V_c^2} \times D \times \frac{\varphi(\theta)}{\mu \rho r} \cdot v$$

I_o : intensité du rayonnement incident (1)

$\frac{e^4}{m^2 c^4} \times \frac{1 + \mathrm{Cos}^2 2\theta}{2}$: facteur de diffusion électronique (2)

$\frac{\lambda^3}{16 \pi r \, \mathrm{Sin}^2 \theta \, \mathrm{Cos} \, \theta}$: facteur d'intégration du pic d'intensité pour le montage considéré (3)

$F_{(h\,k\,l)}$: facteur de structure des plans $(h\,k\,l)$ (4)

$n_{(h\,k\,l)}$: facteur de multiplicité des plans $(h\,k\,l)$ dans la maille (5)

V_c : volume de la maille (6)

D : facteur de température de Debye (7)

$\frac{\varphi(\theta)}{\mu \rho r}$: facteur d'absorption de l'échantillon cylindrique (8)

v : volume de l'échantillon irradié (9)

Puisque, pour les dosages, nous avons toujours utilisé les anneaux DS $(111)_\gamma$ et $(110)_{\alpha_e}$ enregistrés en même temps et sur le même cliché :

1) Le terme I_o (intensité du rayonnement incident) n'interviendra pas dans le calcul du pourcentage de phase : il est le même dans $I_{(111)_\gamma}$ et $I_{(110)_{\alpha_e}}$

2) Le facteur de température de Debye n'interviendra pas, pour la même raison.

3) Les termes (2) et (3) (facteur de diffusion électronique et facteur d'intégration du pic d'intensité dans le montage utilisé) peuvent être considérés comme assez voisins dans le calcul de $I_{(111)_\gamma}$ et $I_{110)_{\alpha_e}}$ pour être négligés; les deux anneaux DS utilisés correspondant à des angles de Bragg suffisamment voisins :

$$\left.\begin{aligned} \theta_{(111)_\gamma} &= 33° \; 29' \\ \theta_{(110)_{\alpha_e}} &= 34° \; 11' \end{aligned}\right\} \text{ pour } \lambda_{K\alpha} \text{ du chrome}$$

4) De la même façon, les variations de $\varphi(\theta)$ peuvent être négligées.

Après ces simplifications, la formule se réduit à :

$$I = K \times F^2_{(h\,k\,l)} \times n_{(h\,k\,l)} \times \frac{1}{V_e^2} \times \frac{1}{\mu \rho} \times v$$

De plus, puisque la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$ est sans diffusion et puisque les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_{\alpha_e}$ en correspondance dans la transformation, possèdent le même nombre d'atomes disposés de la même manière, les facteurs de diffusion atomique f sont les mêmes; on a d'ailleurs :

$$F_{(111)} = 4 f$$

$$F_{(110)} = 2 f$$

Enfin, étant donné la faible variation de volume accompagnant la transformation, le terme $\mu \rho$ sera le même et on peut écrire :

$$\frac{I_{(110)_{\alpha_e}}}{I_{(111)_\gamma}} = \frac{F^2_{(110)}}{F^2_{(111)}} \times \frac{n_{(110)}}{n_{(111)}} \times \frac{(V_c)^2_\gamma}{(V_c)^2_\alpha} \times \frac{v_\alpha}{v_\gamma}$$

$$= \left(\frac{2}{4}\right)^2 \times \frac{12}{8} \times \left(\frac{45{,}1}{23{,}8}\right)^2 \times \frac{v_\alpha}{v_\gamma}$$

Soit :

$$\boxed{\frac{I_{(110)_{\alpha_e}}}{I_{(111)_\gamma}} \# \frac{4}{3} \frac{v_\alpha}{v_\gamma}}$$

d) Cas des textures quelconques

Nous envisagerons ici le cas d'un échantillon ayant une texture inconnue, qui peut être de révolution ou non.

Si nous pouvons créer artificiellement une texture de révolution, sans pour autant modifier les valeurs des intensités diffractées, nous pourrions appliquer la méthode décrite précédemment. Cela est réalisable en imprimant à l'échantillon (en forme d'aiguille) un mouvement de rotation sur lui-même et en faisant tourner l'axe de l'aiguille avec une vitesse en 1/Sin α (cf. p. 29), les deux rotations étant orthogonales.

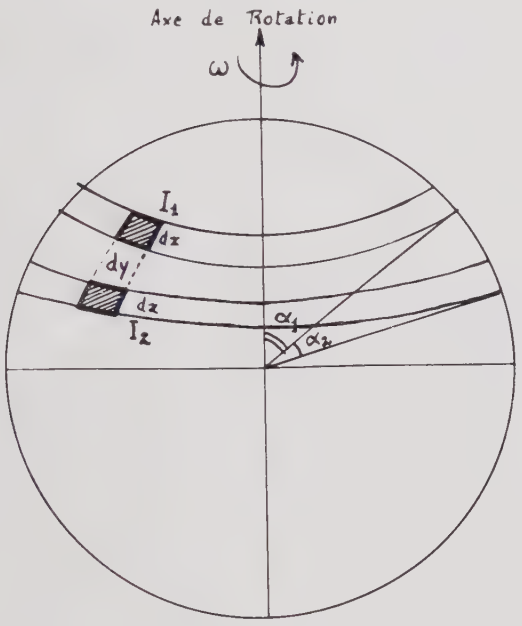


FIG. 15

Ceci s'explique de la façon suivante (fig. 15) : considérons sur la sphère des pôles, un élément de surface de hauteur dx et de largeur dy, à l'intérieur duquel la densité moyenne des pôles est I_1. Si nous faisons tourner l'échantillon avec une *vitesse angulaire constante* ω, cette surface va donner un cercle de hauteur dx et de circonférence 2π R Sin α_1 (R étant le rayon de la sphère) ; par suite la densité moyenne des pôles le long de cette bande circulaire sera :

$$I_{\alpha_1} = \frac{I_1\, dx\, dy}{2\pi \text{ R Sin } \alpha_1\, dy} = \frac{I_1\, dx}{2\pi \text{ R Sin } \alpha_1}$$

Pour une autre surface, de même étendue mais de densité moyenne I_2 et faisant un angle α_2, on aurait :

$$I_{\alpha_2} = \frac{I_2\, dx}{2\pi \text{ R Sin } \alpha_2}$$

Donc, le long d'un méridien les intensités obtenues sont dans le rapport :

$$\frac{I_{\alpha_1}}{I_{\alpha_2}} = \frac{I_1}{I_2} \times \frac{\text{Sin } \alpha_2}{\text{Sin } \alpha_1}$$

Si mantenant nous faisons en plus tourner l'échantillon autour d'un axe perpendiculaire au précédent, avec une vitesse variant comme 1/Sin α, nous aurons, sur le film, des noircissements dont les densités seront dans le rapport :

$$\frac{I_{\alpha_1}}{I_{\alpha_2}} \times \frac{\text{Sin } \alpha_1}{\text{Sin } \alpha_2} = \frac{I_1}{I_2} \times \frac{\text{Sin } \alpha_2}{\text{Sin } \alpha_1} \times \frac{\text{Sin } \alpha_1}{\text{Sin } \alpha_2} = \frac{I_1}{I_2}$$

Nous trouvons donc sur l'équateur des anneaux enregistrés, des taches dont les intensités sont dans le rapport $\frac{I_1}{I_2}$ des intensités des éléments d'aire de la sphère des pôles, avant toute rotation.

Si nous effectuons la somme de toutes ces intensités en superposant tous les clichés, nous aurons sur l'équateur du film une intensité proportionnelle à la densité initiale des pôles sur toute la sphère, c'est-à-dire proportionnelle au volume de matière irradiée.

Nous avons donc ainsi un moyen de doser les phases en présence quelle que soit la texture qu'elles possèdent.

e) Vérifications possibles

Nous avons pu vérifier ces dosages, dans certains cas, par des dosages magnétiques utilisant l'intensité d'aimantation à saturation. Ces dosages seront décrits dans le prochain chapitre. Les résultats très voisins obtenus confirment expérimentalement la validité de notre méthode.

ANNEXE I

Détermination des mailles de l'austénite et de la phase α_e

Pour déterminer les mailles de l'austénite et de la phase α_e, nous avons utilisé le diffractomètre à compteur Norelco, avec anticathode de fer. Les essais ont été effectués sur échantillons étirés ou comprimés, l'axe de la déformation étant soit dans le plan d'incidence, soit perpendiculaire à ce plan. Dans tous les cas, les enregistrements sont superposables. Le rayonnement utilisé n'était pas filtré, d'où la nécessité de faire la correction de doublet $K\alpha$.

tensités relatives 100 et 50. On a donc :

$$\theta_{lu} = \theta_{pondéré} = \frac{100\ \theta_{K_{\alpha 1}} + 50\ \theta_{K_{\alpha 2}}}{150} = \theta_{K_{\alpha 1}} + \frac{\Delta\theta}{3}$$

Il faut alors retrancher de l'angle θ_{lu} le 1/3 de la correction.

La précision des angles mesurés est très grande, puisqu'il est facile de les comparer à ceux d'un spectre étalon (ce que nous avons fait) et les erreurs se réduisent à celles des pointés sur les enregistrements; nous les avons estimés à 4/100 de degré par mesure, soit une erreur de 0,007 sur la maille. Les valeurs trouvées sont alors :

$$a_\gamma = 3{,}595 \pm 0{,}007$$
$$a_{\alpha_e} = 2{,}882 \pm 0{,}007$$

Elles sont en bon accord avec les données de la littérature.

TABLEAU IV

INDICES des plans	ANGLES de Bragg θ_{lu}	$\Delta\theta = \theta_{K_{\alpha 2}} - \theta_{K_{\alpha 1}}$	$\theta_{K_{\alpha 1}}$	d_{hkl}	$\alpha = \frac{d}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$
$(111)_\gamma$	27° 49'	4'	27° 47'40"	2,0755	3,595
$(110)_\alpha$	28° 23'	4'	28° 22'40"	2,0377	2,882

A titre d'exemple, nous donnons ci-dessus (tableau IV) le calcul sur les plans $(111)_\gamma$ et $(110)_{\alpha_e}$ des distances réticulaires des deux plans.

Dans ces résultats la correction de doublet a été effectuée de la façon suivante : les rayonnements de longueur d'onde $\lambda_{K_{\alpha 1}}$ et $\lambda_{K_{\alpha 2}}$ sont affectés respectivement des in-

CHAPITRE II

Méthodes complémentaires

En dehors des méthodes utilisant les rayons X, nous avons dû employer des méthodes complémentaires d'examen et d'étude; nous nous proposons ainsi de préciser la nature des phases en présence ou de vérifier certaines propriétés à la température ambiante et au cours du revenu. Nous avons utilisé :

— la micrographie;

— les mesures magnétiques à saturation;

— la dilatométrie et l'élasticimétrie.

I. — EXAMENS MICROGRAPHIQUES

Dans ce paragraphe nous étudierons :

— la micrographie optique classique;

— la production et l'examen de figures de corrosion;

— la micrographie magnétique.

a) Micrographie optique

Les problèmes posés par l'étude micrographique de nos échantillons concernent le

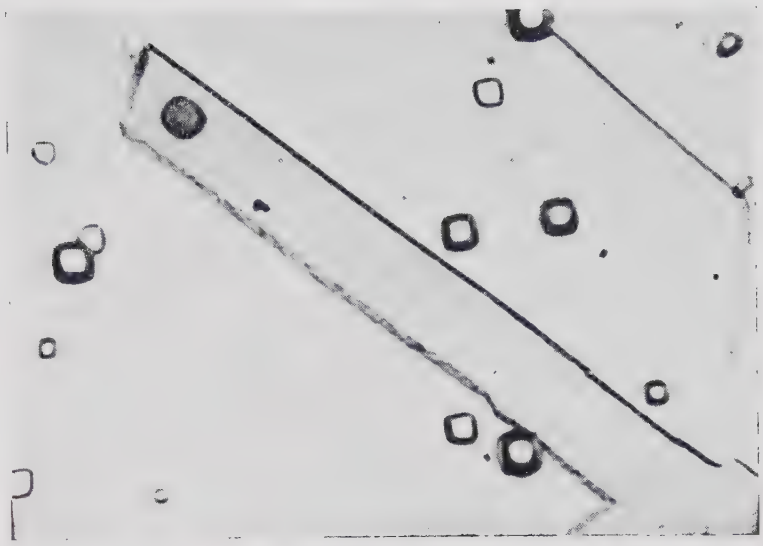


FIG. 16

Acier A (18-8) ; G = 1 900 ; attaque oxalique.
Echantillon hypertrempé ; grain d'austénite maclé ; figures de corrosion.

FIG. 17

Acier B (18-4) ; G = 1 900 ; attaque oxalique ; incidence oblique. Echantillon hypertrempé ; ferrite et austénite partiellement transformée en phase α_S.

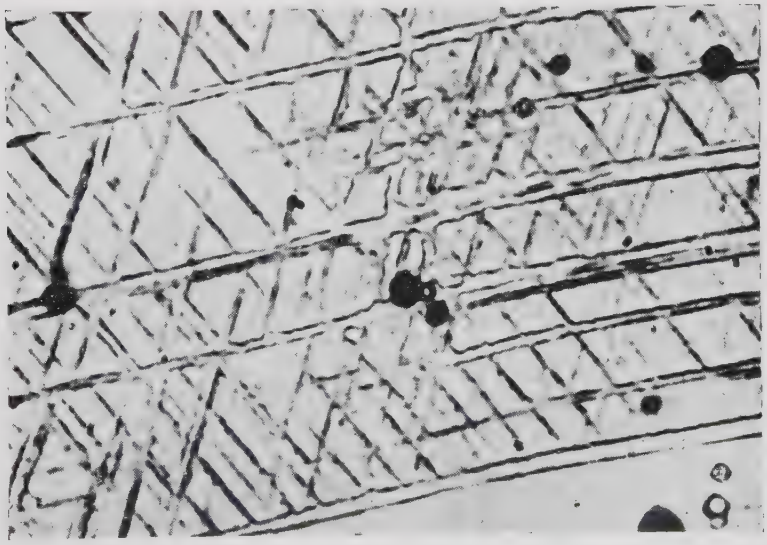


FIG. 18

Acier A (18-8) ; G = 2 350 ; attaque oxalique.
Section droite de barre étirée à l'ambiante (58 %) ; austénite et phase α_e ; figures de corrosion.

mode de polissage, le choix des réactifs d'attaque, le choix des grossissements et l'aspect des diverses phases.

POLISSAGE. — Puisque nos aciers ont été choisis particulièrement instables, il n'est pas question d'utiliser un polissage uniquement mécanique, sous peine de recouvrir la surface de l'échantillon de phase α_e produite par le polissage lui-même. Nous avons alors procédé de la manière suivante :

Après dressage de la surface successivement au moyen de deux meules abrasives, les échantillons sont polis sur des papiers abrasifs sous l'eau et la préparation est terminée par un polissage électrolytique poussé : l'épaisseur de métal dissoute au cours de ce dernier polissage est au moins d'un dixième de millimètre. Les réactifs employés sont :

— Le réactif de P.-A. Jacquet [15] : 1 000 cc³ d'acide acétique + 60 cc³ d'acide perchlorique, la surface de l'échantillon étant de 1 cm² et la tension de 40 volts pour une distance entre électrodes de 1 cm.

— Le réactif A_2 du Disa-électropol à base d'acide perchlorique, la surface de l'échantillon étant de 1 cm² et la tension de 50 volts.

Dans le cas du réactif de P.-A. Jacquet, il y a intérêt à refroidir activement le bain et à procéder par fraction de temps inférieures ou égales à 20 secondes.

REACTIFS D'ATTAQUE. — Pour rendre visible la structure des échantillons, nous avons essayé d'utiliser les réactifs précédents sous faible tension (5 à 20 volts), mais l'attaque obtenue est irrégulière et les joints de grains de l'austénite peu marqués. Deux réactifs nous ont donné satisfaction :

— L'acide oxalique en solution saturée dans l'eau par attaque électrolytique (échantillon de 1 cm², distance entre électrodes de 1 cm, tension de 6 volts), et après des temps d'attaque variant de 40 secondes à 4 minutes suivant le degré d'écrouissage du métal, donne les joints de grains de l'austénite. La phase α_e est légèrement attaquée, les carbures assez fortement. Ce réactifs donne des figures de corrosion (voir plus loin).

— L'acide chlorhydrique en solution alcoolique à 50 %, additionnée d'eau oxygénée à 15 volumes fraichement préparée, révèle, suivant les proportions relatives des deux constituants, soit les joints de grains (acide à 50 %, pur ou additionné de quelques gouttes d'eau oxygénée) (après 4 à 5 minutes apparition des lignes de glissement éventuelles), soit les figures de corrosion (eau oxygénée additionnée de 5 à 10 % d'acide à 50 %, temps d'attaque de 5 à 15 secondes).

GROSSISSEMENTS UTILISES. — Il est nécessaire d'utiliser des grossissements de l'ordre de 1 800 et même de 2 350 pour l'étude géométrique des figures de corrosion.

ASPECTS DES DIVERSES PHASES. — L'attaque à l'acide oxalique permet de distinguer nettement les phases en présence :

— L'austénite apparaît en blanc, les joints de grains et de macles sont bien marqués (fig. 16 et 17).

— La ferrite δ (acier B) est attaquée plus profondément que l'austénite, d'où un effet de relief permettant de distinguer ces deux phases (fig. 17).

— La phase α_e existant dans les échantillons fortement écrouis, apparaît en gris et sa surface granuleuse est très tourmentée (fig. 18).

— Les carbures précipités donnent naissance à des piqûres visibles, soit réparties dans le grain d'austénite, soit rassemblées aux joints de grains.

Le réactif à l'acide chlorhydrique ne permet pas de distinguer aussi nettement les deux phases, pratiquement pas colorées dans ce cas.

b) Figures de corrosion

— L'acide oxalique donne des figures de corrosion géométriques et bien formées dans les deux phases.

L'austénite est attaquée préférentiellement suivant les plans (100) et on peut obtenir, si la surface de l'échantillon est parallèle à une face du cube, des figures carrées à fonds plats (fig. 16, 19 et 20).

La phase α_e est attaquée préférentiellement suivant les plans (111), on peut ainsi obtenir des figures carrées à fonds pyramidaux et les diagonales des carrés indiquent les directions parallèles aux arêtes du cube (fig. 20, 21 et 22).

L'interprétation des figures de corrosion dans la phase α_e nécessite parfois le tracé d'une épure : nous la fournirons chaque fois que cela s'avérera nécessaire.

— Le réactif du Disa-électropol donne aussi des figures géométriques de corrosion. Le

réactif à l'acide chlorhydrique et eau oxygénée donne des figures de corrosion, mais nous n'avons pu obtenir de figures nettement formées que dans l'austénite.

Ces réactifs semblent dissoudre la phase γ préférentiellement suivant des plans de type (111) et la phase α_e suivant des plans de type (100).

Dans tous les cas, l'étude des figures de corrosion nous a permis de retrouver les orientations données par les rayons X; ceci a été souvent facilité par l'obtention dans un même grain initial d'austénite, partiellement transformé, de figures de corrosion appartenant à l'une et à l'autre des deux phases.

Le précipité est additionné d'une quantité convenable d'eau pour obtenir une concentration correcte. La solution obtenue très fine peut se conserver plusieurs années sans déposer.

L'échantillon, poli électrolytiquement et éventuellement attaqué à l'acide oxalique pour situer les joints de grains, reçoit une goutte de la solution précédente sur sa surface (1 cm²) : il faut étaler rapidement cette goutte et appliquer un aimant sous l'échantillon.

Pour éviter une trop grande agglomération des grains de la solution, l'échantillon est immédiatement lavé sous un faible courant

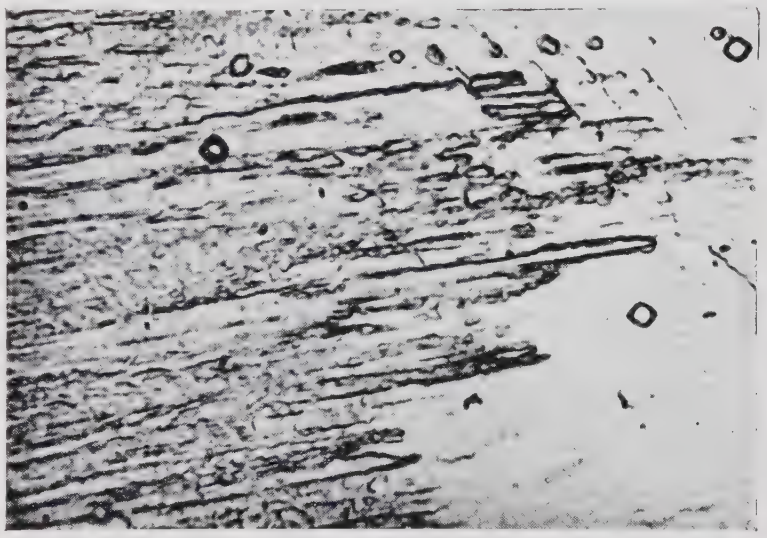


FIG. 19

Acier A (18-8); G = 1 900; attaque oxalique. Echantillon comprimé à l'ambiante (50 %); axe de compression vertical; austénite (blanche) et phase α_e (grise); figures de corrosion.

c) Micrographies magnétiques (fig. 23 et 24 et fig. 25 et 26)

Pour confirmer la nature des phases observées dans la micrographie ordinaire, nous avons utilisé la méthode des micrographies magnétiques.

L'austénite n'étant pas magnétique, seule la phase α d'écrouissage retient la suspension magnétique et les deux phases se distinguent aisément.

Nous avons utilisé une suspension d'hydroxyde de fer colloïdal [16], préparé par précipitation par de la soude (5 g) à partir d'un mélange de chlorure ferreux cristallisé (2 g) et de chlorure ferrique cristallisé (5,4 g). Le précipité obtenu est lavé avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique centinormale, puis repris dans une solution aqueuse de savon et filtré lentement.

d'eau et séché doucement à l'air comprimé (en maintenant toujours l'aimant au contact de l'échantillon). Dans ces conditions, on obtient un dépôt de grains magnétiques assez fin pour permettre un examen sous des grossissements allant jusqu'à × 700 ou × 800.

II. — MESURES MAGNÉTIQUES

a) Principe des mesures à saturation

L'intensité d'aimantation à saturation d'un matériau magnétique de composition donnée est proportionnelle au volume de la phase magnétique. Dans nos alliages, de telles mesures permettent de doser la quantité d'une phase par rapport à l'autre, la phase α_e étant magnétique et la phase γ ne l'étant pas.

Si l'on peut mesurer, pour un champ magnétique H donné, la valeur de l'induction B

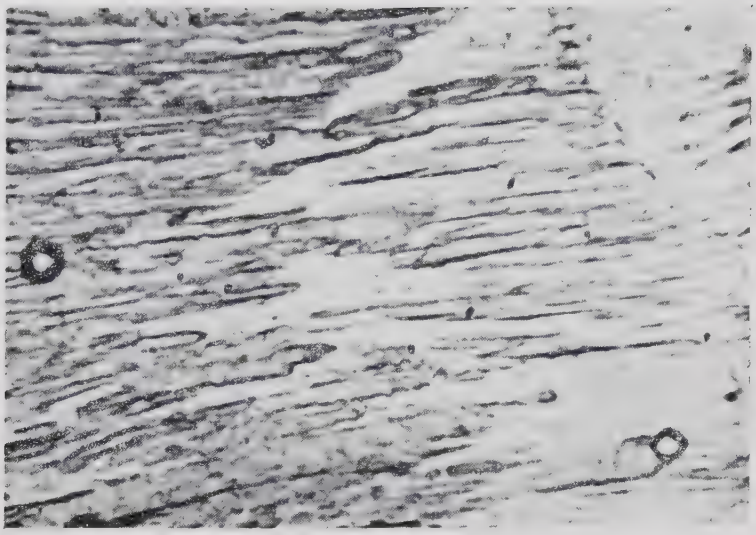


FIG. 20

Acier A (18-8) ; G = 2 350 ; attaque oxalique.
Echantillon comprimé à l'ambiante (50 %) ; axe de compression vertical ; austénite et phase α_e ; figures de corrosion.

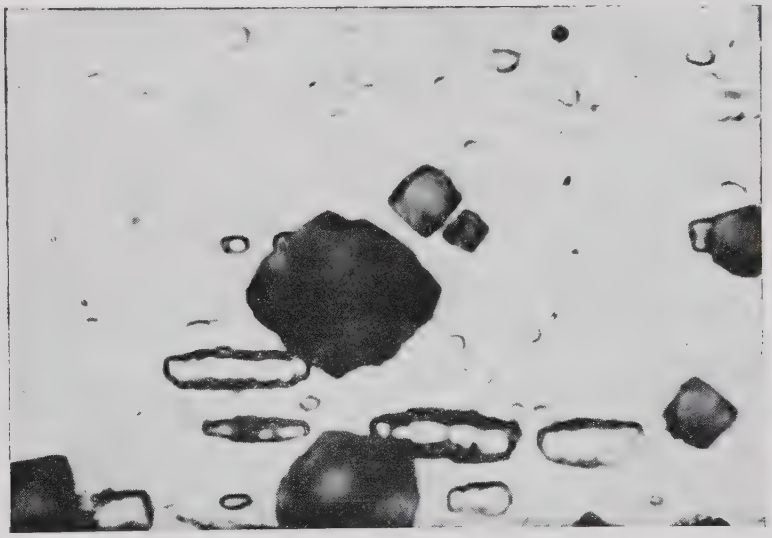


FIG. 21

Acier A (18-8) ; G = 2 350 ; attaque oxalique.
Echantillon étiré à l'ambiante (58 %) ; axe d'étirage horizontal. Figures de corrosion dans la phase α_e. Mise au point sur la surface.

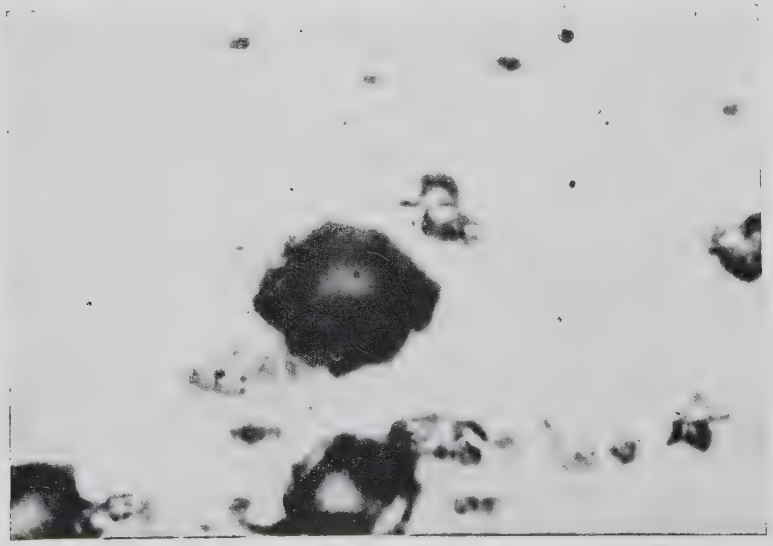


FIG. 22

Acier A (18-8) ; G = 2 350 ; attaque oxalique.
Même plage que la figure 21 ; mise au point au fond des figures de corrosion.

Fig. 23

Acier B (18-4) ; G = 740 ; attaque oxalique. Echantillon hypertrempé. Austénite et ferrite δ.

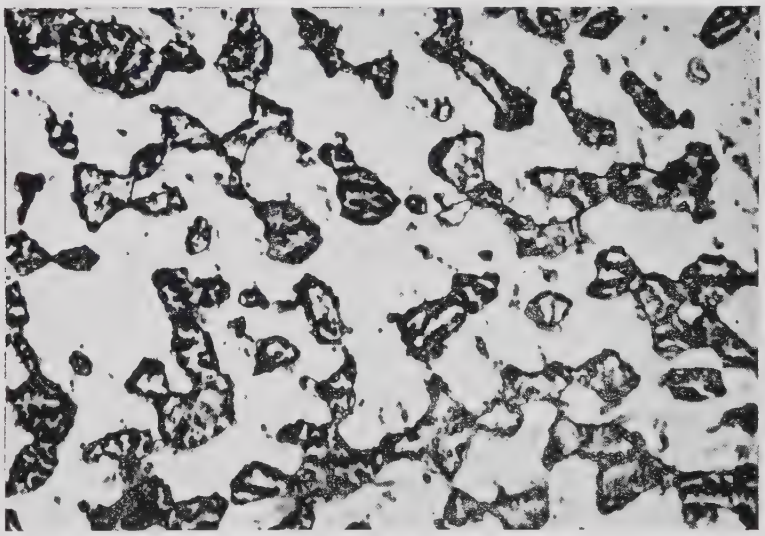


Fig. 24

Acier B (18-4) ; G = 740. Même plage que la figure 23. Micrographie magnétique.

dans le matériau, l'intensité d'aimantation est donnée par la relation :

$$B - H = 4\pi I$$

Des expériences nombreuses montrent que la valeur de l'intensité d'aimantation à saturation ne dépend pas de la répartition de la phase magnétique dans le matériau [17].

Si l'on trace la courbe $I = f(H)$, l'aproche de la saturation est, au contraire, très affectée par la répartition de la phase magnétique. Avec un appareil permettant d'atteindre des champs suffisamment élevés, l'extrapolation à saturation est possible. Dans de tels cas, la fonction $I = f(1/H)$ est quasi linéaire; lorsque le champ dépasse 1 000 à 1 500 oerstedts [18]

$$I = I_s - a/H$$

La relation ci-dessus représente une droite de pente négative, I_s étant l'intensité d'aimantation à saturation et a un coefficient positif appelé « dureté magnétique ».

b) Description de l'appareillage

La description de l'appareil utilisé a été donnée par A. Sulmont, J. Dedieu et P. Bastien [19].

Rappelons que cet appareil présente les particularités suivantes :

— désaimantation automatique de l'échantillon entre chaque mesure;

— existence d'une bobine de compensation permettant sur le fluxmètre de mesure d'obtenir directement (B — H), quantité proportionnelle à I. (Pour la sensibilité employée dans nos essais une division du fluxmètre correspond à $3{,}4 \times 10^4$ Maxwells pour les éprouvettes utilisées, diamètre : 4,75 mm, longueur : 117 mm);

— présence dans la bobine inductrice d'un four permettant d'effectuer éventuellement des mesures à chaud jusqu'à une température correspondant au point de Curie.

L'étude du revenu de la phase α d'écrouissage ne peut être effectuée par cette méthode, la température de revenu ($\alpha \rightarrow \gamma$) étant supérieure à la température de Curie de la phase α.

c) Calcul du pourcentage des phases

Le pourcentage en volume d'une phase magnétique V_{α_e} est proportionnel à l'intensité d'aimantation à saturation I_s. Si l'échantillon contenait 100 % de phase magnétique, l'intensité d'aimantation serait maximum : $I_{s\,max}$. Dans ces conditions, le pourcentage de phase α_e est donné par :

$$V_{\alpha_e} = \frac{I_s}{I_{s\,max}} \times 100$$

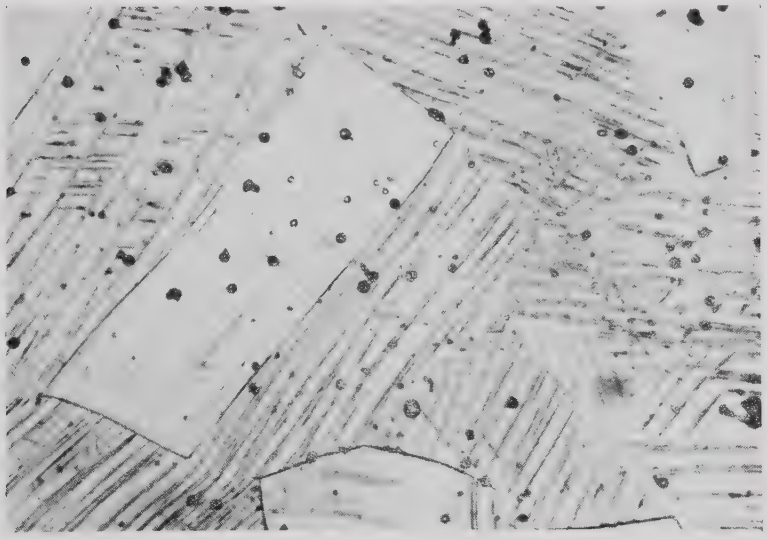


FIG. 25

Acier A (18-8); G = 740;
attaque oxalique.
Section droite de barre étirée (58 %); austénite et phase α_e.

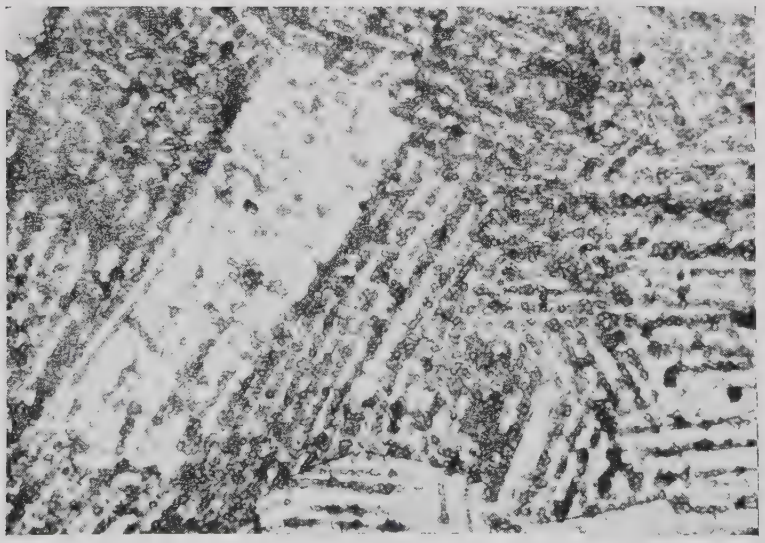


FIG. 26

Acier A (18-8); G = 740.
Même plage que la figure 25,
Micrographie magnétique.

Il est nécessaire de connaître $I_{s\,max}$, c'est-à-dire l'intensité d'aimantation d'un échantillon de même composition chimique que celui étudié, mais constitué exclusivement de phase magnétique.

— Pour des aciers à 18 % de chrome et contenant au plus 6 % de nickel, une trempe dans des conditions convenables permet d'obtenir une transformation martensitique totale; il est donc possible d'obtenir $I_{s\,max}$ dans ce cas.

— Pour les aciers 18-8, la transformation n'est plus complète et la détermination expérimentale de $I_{s\,max}$ n'est pas possible.

Mais nous remarquerons que le calcul de $I_{s\,max}$ en utilisant la théorie du magnéton de Bohr, donne des résultats identiques à ceux des mesures expérimentales — lorsque celles-ci sont possibles — et nous admettrons avec P. Bastien, J. Dedieu et A. Sulmont[20, 21] que, si la concordance entre le calcul et la mesure est bonne pour les aciers à 18 % de chrome contenant de 0 à 6 % de nickel, l'extrapolation pour des aciers 18-8 peut être effectuée valablement :

$$I_{s\,max} = 87 \times 10^4 \text{ Maxwells}$$

Par cette méthode le dosage de la phase α_e est facile et précis; d'après A. Sulmont la précision est de 1 à 2 %. Ce mode de détermination n'est applicable, malheureusement, qu'aux échantillons étirés à cause de la grande longueur de barre nécessaire pour obtenir l'éprouvette.

III. — DILATOMÉTRIE ET ÉLASTICIMÉTRIE

Notre but, en utilisant la dilatométrie et l'élasticimétrie, était, d'une part, de relier les propriétés des aciers étudiés du point de vue physico-chimique à des propriétés mécaniques, d'autre part, de suivre l'évolution de la transformation au cours d'un traitement thermique. Nous avons utilisé le dilatomètre Chevenard et l'élasticimètre Cabarrat.

a) Dilatométrie différentielle et dilatométrie isotherme

Un dilatomètre différentiel Chevenard muni d'une tête dont le coefficient d'amplification est de 600 fois, permet de suivre avec une grande précision le revenu de la phase α_e; l'échantillon est un fragment de barre étirée de 50 mm de long et 4,75 mm de diamètre.

Nous avons été amené à utiliser également un dilatomètre isotherme, en vue d'étudier plus particulièrement une des étapes du revenu. Cette méthode permet d'atteindre :

— les divers stades du revenu;

— l'étude isotherme de ces divers stades;

— le pourcentage de phase α_e (dont on a une idée par la valeur de la pente à l'origine de la courbe de revenu).

b) Mesures du module d'élasticité et du frottement intérieur

L'élasticimètre Cabarrat nous a permis :

1) De suivre l'évolution, en fonction de la température, de la valeur du module d'élasticité, de la température ambiante jusqu'à 700 °C à raison de 100°/heure.

2) D'exécuter des mesures à l'ambiante sur des éprouvettes ayant subi des revenus à des températures variées.

Ces essais ont été effectués sur barres étirées.

L'éprouvette (l = 107 mm, Φ = 4,75 mm), vibrant en demi-fréquence, le module d'élasticité est donné par :

$$E = 16\ \rho\ l^2\ f^2$$

ρ masse spécifique de l'éprouvette
l longueur —

Les masses spécifiques sont, d'après nos mesures :

pour l'acier 18-8 ..... 7,70 g/cm³
pour l'acier 18-4 au manganèse 7,60 g/cm³

Le frottement intérieur est caractérisé par le décrément logarithmique δ de la courbe d'amortissement. Mesuré à l'hypsographe il est donné par :

$$\delta = \frac{6{,}9}{F \times t}$$

$F = 2f$ est la fréquence propre de l'éprouvette;

t est le temps d'amortissement.

Le module d'élasticité et surtout le frottement intérieur sont caractéristiques de la répartition des phases et de leur état : cristallation, déformation, écrouissage, glissements, défauts du réseau... Ceci nous sera donc d'une grande utilité tant pour l'étude des échantillons déformés que pour l'étude du revenu de ces échantillons.

DEUXIÈME PARTIE

Etude de la transformation gamma → alpha par écrouissage

Dans cette seconde partie, nous exposons les résultats de l'étude expérimentale de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ par écrouissage.

Après avoir indiqué les divers modes de sollicitation et de déformation utilisés (Chap. III), le chapitre IV traite de la phase γ déformée et de la phase α_e obtenue au cours de la déformation dans le cas des déformations à symétrie de révolution, puis dans le cas des tôles (Chap. V). En conclusion, nous donnons (Chap. VI) les conditions d'apparition de la phase α_e et les relations d'orientation obtenues ainsi que quelques indications sur la phase α formée spontanément à la surface de certains échantillons.

CHAPITRE III

Divers modes de déformation étudiés

Notre choix s'est porté sur :

— des déformations à symétrie de révolution : compression et étirage, complémentaire l'une de l'autre,

— une déformation à symétrie plane réalisée par laminage.

I. — DÉFORMATIONS A SYMÉTRIE DE RÉVOLUTION

a) Compression

Les compressions ont été effectuées sur une machine hydraulique Amsler d'une puissance maxima de 50 tonnes. Les échantillons cylindriques ont les dimensions suivantes :

diamètre : $d = 15$ mm

hauteur : $h = 20$ mm

Après quelques essais, nous avons été amenés à adopter ces cotes pour les raisons suivantes :

1) La hauteur initiale de la pièce ne doit pas être trop faible afin que l'échantillon comprimé reste manipulable, même après une importante réduction de hauteur. En effet, nous devons pouvoir extraire de la pièce ainsi traitée, une aiguille axiale, de hauteur égale à la moitié de celle de l'échantillon. Ainsi pour h initial $= 20$ mm et une réduction de 60 %, on obtient, après compression, un échantillon de $h = 8$ mm dont on extrait une aiguille de 4 mm de longueur.

2) Le rapport $\frac{d}{h}$ ne doit pas avoir une valeur trop faible à cause du risque de flambage au début de la compression. On peut prendre $\frac{d}{h} \geqslant \frac{3}{4}$.

Mais le diamètre de l'éprouvette ne peut être trop grand; dans le cas contraire, pour un écrouissage relativement faible, la limite de puissance de la machine serait rapidement atteinte. Nous avons donc pris $\frac{d}{h} = \frac{3}{4}$.

Notons d'ailleurs que, pour une réduction de hauteur de l'ordre de 50 %, la limite de puissance de 50 tonnes est atteinte; pour continuer l'expérience, il faut réduire, par un usinage supplémentaire, le diamètre de l'éprouvette et comprimer de nouveau.

Indiquons enfin que le polissage des surfaces des poinçons en contact avec l'échantillon ainsi que des deux faces planes de l'éprouvette permet, en utilisant de la graisse graphitée comme lubrifiant, d'obtenir un bon glissement des surfaces en contact et ceci évite de sérieuses hétérogénéités de compression dans les échantillons.

La relation entre le pourcentage de réduction en hauteur

$$\eta = \frac{h_0 - h}{h_0} \times 100$$

et la charge unitaire F/S est donnée dans le tableau V. Nous prendrons comme définition de l'écrouissage dans ce cas le coefficient η.

b) Etirage

L'étirage a pu être effectué à Montbard grâce à l'obligeance du personnel de la Société Vallourec, que nous tenons à remercier ici en la personne de M. Masse, directeur de l'usine. Les opérations se sont déroulées de la façon suivante : les barres de 20 mm de diamètre initial, ont été décapées à la soude à 475° C (bain à 90 % de soude et 10 % de nitrate de soude), puis à l'acide fluorhydrique et enfin recouvertes d'un film d'oxalate de fer, destiné à favoriser l'adhérence de la graisse facilitant le passage dans la filière.

La majeure partie de ces barres a été ramenée, en plusieurs passes, avec recuits intermédiaires, au diamètre 8 mm; elles ont alors subi une hypertrempe à l'eau (1.150° C). Avant de pousser plus avant, nous avons vérifié que l'aspect micrographique correspondait bien à une austénite exempte de ferrite et qu'aucune

Tableau V

Ecrouissage par compression

Charge tonnes	Section mm²	Contrainte kg/mm²	Hauteur mm	$\eta = \frac{h_0 - h}{h_0} \times 100$	$\log \frac{h_c}{h}$
0	176	0	20	0	0,000
18	200	90	16	15	0,097
21	213	98	15,5	22	0,111
25	240	104	14	31	0,155
37	298	124	11	46	0,260
47	346	135	9,5	53	0,323

Tableau VI

Ecrouissage par étirage

Etirage a l'ambiante		Etirage a 300 °C		Diamètre mm	$\tau\,\% = \frac{S_0 - S}{S_0} \times 100$
Acier A	Acier B	Acier A	Acier B		
A_0	B_0	A_0	B_0	8	0
A_1	B_1	A_{1C}	B_{1C}	7,5	12
A_2	B_2	A_{2C}	B_{2C}	7,1	21
A_3	B_3	A_{3C}	B_{3C}	6,7	30
—	B_4	A_{4C}	B_{4C}	6,2	40
—	—	A_{5C}	B_{5C}	4,75	65
A_8	B_8	Diamètre initial : 20		13	58

texture d'orientation n'était décelable aux rayons X.

A partir des barres de 8 mm hypertrempées, nous avons effectué, sans recuit intermédiaire, une série de passes d'étirage pour obtenir des barreaux correspondant respectivement aux diamètres : 7,5 mm, 7,1 mm, 6,7 mm, 6,2 mm. Il n'a pas été possible d'aller au delà, les fils obtenus étant trop cassants.

La seconde partie des barres de 20 mm a subi un traitement d'hypertrempe et a été amenée, par une série de passes, sans recuit intermédiaire, au diamètre de 13 mm.

L'écrouissage sera défini par le taux de réduction de la section :

$$\sigma = \frac{S_0 - S}{S_0} \times 100$$

Les taux d'écrouissage successifs obtenus sont donnés dans le tableau VI.

Dans certains cas (écrouissage au dessus de l'ambiante) il a été possible de passer de 8 mm à 4,75 mm sans recuit intermédiaire, ce qui correspond à un taux d'écrouissage de 65 %.

COMPRESSION CYLINDRIQUE. — Pour pouvoir introduire le barreau dans la filière, il faut préalablement en amincir l'extrémité sur environ 30 cm; la portion de barre ainsi préparée s'appelle « soie ». La soie est obtenue par martelage dans une machine à rétreindre, constituée par une paire de matrices violemment projetées en un mouvement alternatif, l'une vers l'autre et animées en outre d'un mouvement de rotation, d'où un martelage régulièrement réparti selon tous les azimuths. Nous pouvons donc parler de « compression cylindrique ».

Nous avons conservé un certain nombre de ces soies en vue de les examiner et de les comparer aux barres et aux fils simplement étirés.

II. — DÉFORMATION A SYMÉTRIE PLANE

Laminage des tôles

Les tôles ont été laminées par les Forges et Aciéries du Creusot. A partir d'ébauches de 10 mm d'épaisseur, sans recuit intermédiaire, les taux d'écrouissage obtenus sont : 10 %, 20 %, 30 %, 40 %, 75 %.

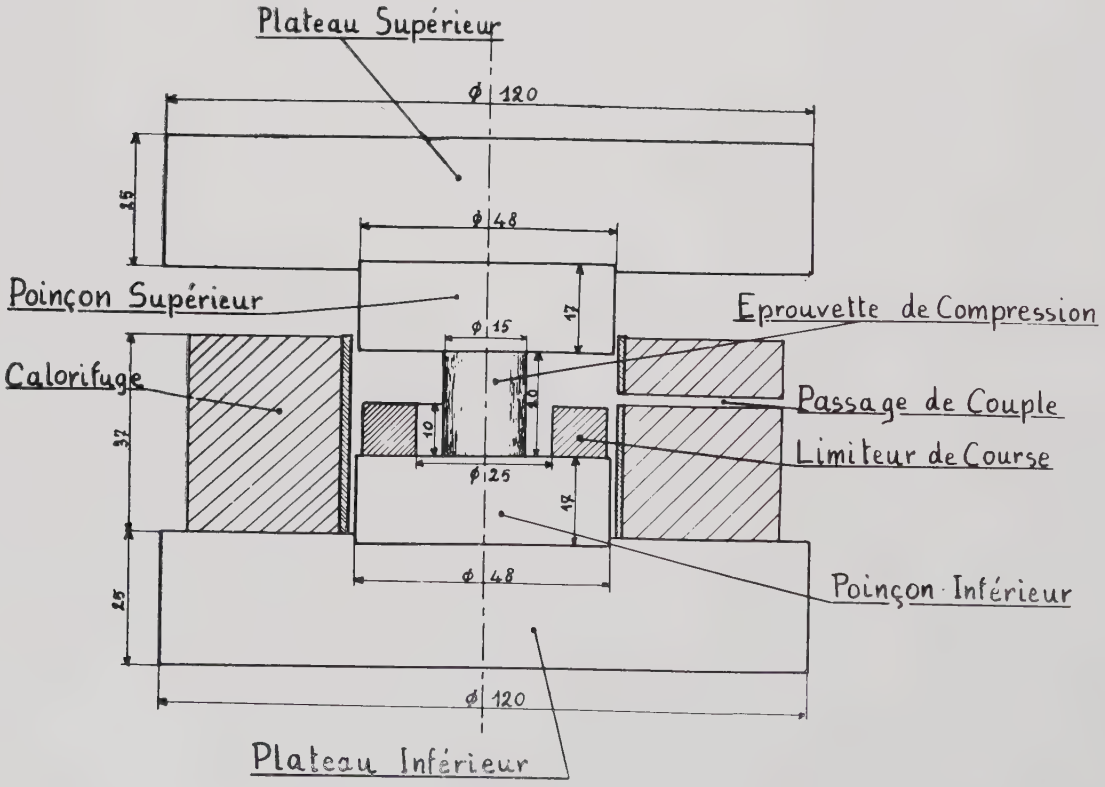


FIG. 27
Appareil de compression à chaud.

Les tôles ont été préparées à partir des mêmes nuances d'acier que les échantillons comprimés ou étirés.

III. — DÉFORMATIONS A L'AMBIANTE ET AU-DESSUS

Tous les types de déformation ont été réalisés, en général, à la température ambiante, et suffisamment lentement pour limiter l'échauffement, même localisé, de l'échantillon.

Dans certains cas, nous avons été amené à effectuer des déformations à des températures de l'ordre de 200 à 300° C. Dans le cas de la compression, un montage calorifugé a été utilisé (fig. 27). La température est mesurée par un thermocouple, dont la soudure chaude peut être amenée au contact de l'échantillon.

L'ensemble de l'appareil, contenant l'échantillon en essai, est porté dans un four à 360° C, puis monté sur la machine de compression; il est isolé thermiquement des poinçons de la machine par deux épais cartons d'amiante. On constate qu'au bout de 15 minutes la température de l'échantillon est encore supérieure à 300° C. L'opération de compression dure 2 à 3 minutes; on peut donc admettre que la température de l'échantillon ne baisse pas de plus de 10 à 12° C pendant la déformation. Lorsque la température indiquée par le couple est de 310° C, on enlève celui-ci et on commence la compression achevée avant que la température n'atteigne 300° C.

Chapitre IV

Etude de la phrase α_e obtenue au cours d'une déformation à symétrie de révolution

Dans ce chapitre, nous étudierons :

— les conditions d'apparition de la phase α au cours de l'écrouissage;

— le pourcentage de phase α_e formée;

— les relations entre les orientations préférentielles des deux phases γ et α_e;

— quelques propriétés mécaniques dans leurs relations avec l'apparition de la phase α_e.

I. — CONDITIONS D'APPARITION DE LA PHASE α_e AU COURS DE L'ÉCROUISSAGE NATURE DE LA PHASE α_e

A température ambiante, une déformation de l'acier A provoque l'apparition de la phase α_e : par suite de sa propriété d'être ferromagnétique, cette phase peut être décelée rapidement (à l'aide d'un aimant ou par micrographie magnétique (fig. 25). Un écrouissage assez faible, de l'ordre de 10 %, suffit pour provoquer l'apparition du magnétisme, et l'examen aux rayons X (méthode de Debye et Scherrer) permet d'observer l'apparition d'anneaux nouveaux s'intercalant entre les anneaux de diffraction de l'austénite initiale. En outre, pour un écrouissage de l'ordre de 70 %, l'austénite résiduelle n'est pratiquement plus décelable par essai aux rayons X : la transformation est donc à peu près complète (fig. 28).

Les mêmes essais menés sur l'acier B conduisent à constater, pour des écrouissages faibles, l'existence de deux phases γ et δ (les anneaux de la phase δ se superposent exactement à ceux de la phase α d'écrouissage obtenue dans l'acier A).

Lorsque le taux d'écrouissage augmente, les anneaux de la ferrite δ se renforcent alors que ceux de l'austénite tendent à disparaître. Il n'apparaît pas de nouveaux anneaux. Pour cet acier, également, l'austénite se transforme en une phase α d'écrouissage. En résumé donc :

1) L'écrouissage à température ambiante des deux aciers provoque la disparition de l'austénite et l'apparition d'une phase α_e.

2) L'austénite de l'acier B a une susceptibilité à l'écrouissage analogue à celle de l'acier A.

3) La phase obtenue par écrouissage de l'acier A donne des anneaux de diffraction

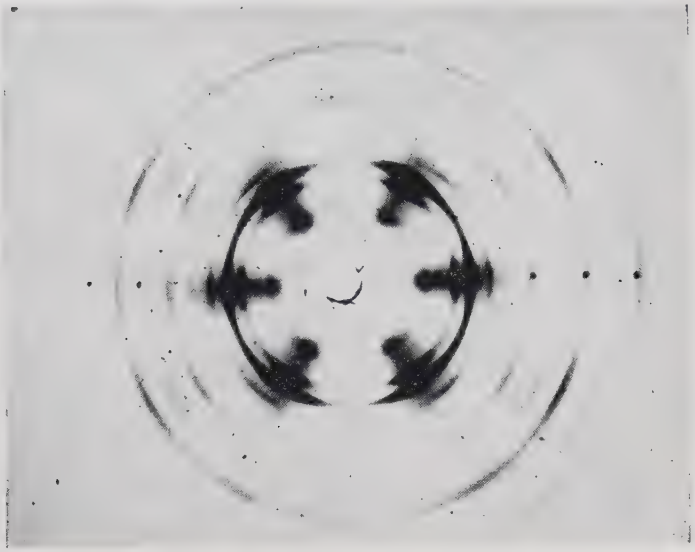


FIG. 28

Diagramme DS. Acier A
Rayonnement λ_K du molybdène
Echantillon comprimé (70 %)
Axe vertical. Phase α_e et phase γ résiduelle.

Orientations :

$<110>\gamma$ et $<111>\alpha_e$, $<110>\alpha_e$.

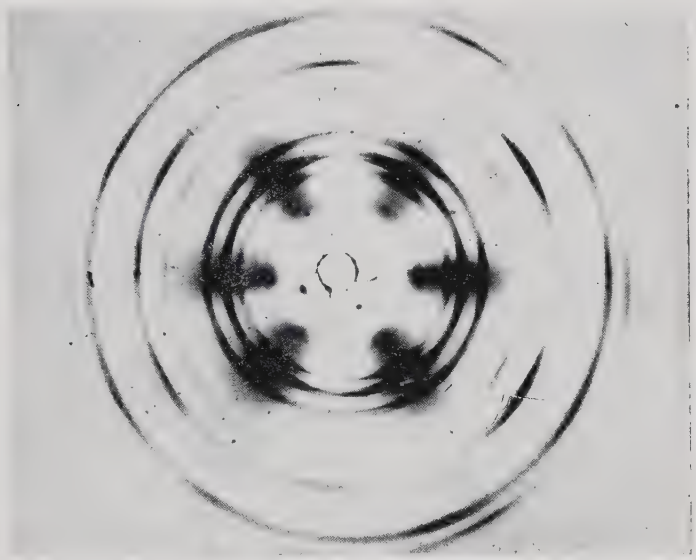


FIG. 29

Diagramme DS. Acier A
Rayonnement λ_K du molybdène
Echantillon comprimé (70 %) à 300 °C
Axe vertical. Anneaux de la phase γ seule. Orientations $<110>\gamma$.

FIG. 30

Acier A (18-8). G = 1 900.
Attaque oxalique. Echantillon comprimé à 300 °C (70 %).
Austénite.

parfaitement superposables à ceux de la ferrite δ de l'acier B.

4) La phase d'écrouissage obtenue s'identifie donc parfaitement à la ferrite δ.

L'écrouissage fait ainsi apparaître une phase cristallisant dans le système cubique à corps centré comme la ferrite et ferromagnétique; sa dénomination de phase α d'écrouissage est donc parfaitement justifiée. D'ailleurs dans les mesures précises de mailles (Cf. annexe du chap. I), nous avons trouvé les mêmes valeurs pour la ferrite δ et la phase α_e.

Une déformation effectuée à une température supérieure à l'ambiante donne des résultats différents suivant les températures auxquelles on opère : nous avons vérifié, comme J. Dedieu [22], que pour une température supérieure à 180° C, il n'était pas possible d'obtenir la phase magnétique, même pour des écrouissages de l'ordre de 80 % (fig. 29 et 30). Nous n'avons pas cherché à préciser cette température, et nous avons utilisé cette propriété chaque fois qu'il était nécessaire de déformer l'austénite sans provoquer de transformation.

II. — POURCENTAGE DE PHASE α_e FORMÉE EN FONCTION DE L'ÉCROUISSAGE

Il est nécessaire de préciser que les diverses définitions de l'écrouissage choisies (Cf. Chap. III) sont compatibles.

Dans le cas de la compression, nous avons défini le taux d'écrouissage par :

$$\eta = 100 \times \frac{h_0 - h}{h_0}$$

Si l'on admet que le volume est invariant au cours de l'essai, on a $h_0\ S_0 = h\ S$, avec S_0 section correspondant à la hauteur initiale h_0 et S section correspondant à la hauteur initiale h.

Le taux d'écrouissage peut alors s'écrire :

$$\eta = 100 \times \frac{S - S_0}{S}$$

Dans le cas de l'étirage, nous avons défini le taux d'écrouissage par :

$$\sigma = 100 \times \frac{S'_0 - S'}{S'_0}$$

avec S'_0 et l_0 section et longueur initiales,
S' et l section et longueur finales.

Soit par le même processus que ci-dessus :

$$\sigma = 100 \times \frac{l - l_0}{l}$$

L'analogie entre les deux séries de formules est évidente et le taux d'écrouissage a bien des définitions comparables dans les deux cas. On peut alors porter sur un même graphique la quantité de phase α_e formée en fonction du taux d'écrouissage.

a) Cas de l'étirage

Le pourcentage de phase α_e formée au cours de l'écrouissage est déterminé par mesures magnétiques (Cf. Chap. II) et par diffraction de rayons X (Cf. Chap. I).

Nous avons tracé les courbes de première aimantation des échantillons étirés puis la

TABLEAU VII

Première aimantation des aciers A étirés

Intensité (Ampères)	1	2	4	5	10	20	25	30	40
Champ inducteur (Œrstedt)	72	143	287	360	715	1 435	1 800	2 150	2 870
$\mathcal{J}$ (u. du perm.) A_1	—	0,5	—	1	1,5	2,5	2,5	3	4
$\mathcal{J}$ (u. du perm.) A_2	—	2,5	—	6	8,5	10	10,5	10,5	11
$\mathcal{J}$ (u. du perm.) A_3	—	5	8,5	9,5	13,5	17	19	20	21
$\mathcal{J}$ (u. du perm.) A_8	15	26	39	42	50	54	56	56	58

TABLEAU VIII

Quantité de phase α_e formée par étirage

ECHANTILLON	TAUX d'écrouissage	J_S	α % (perméamètre)	α % (rayons X)
A_1	12 %	4,6	5,3	4,9
A_2	21 %	12	13,8	14
A_3	30 %	24	27,6	28
A_8	58 %	60	69	67

courbe en 1/H, qui, extrapolée à l'origine, donne l'intensité d'aimantation à saturation. Les résultats des mesures sont réunis dans le tableau VII et les courbes de première aimantation sont reproduites sur la figure 31. Le tableau VIII indique les valeurs de l'intensité d'aimantation à saturation de nos échantillons et les pourcentages de phase α_e correspondants, en fonction du taux d'écrouissage. Le pourcentage de phase α_e déterminé par l'essai aux rayons X est indiqué dans la dernière colonne. La comparaison des chiffres des deux dernières colonnes permet de vérifier la bonne concordance des deux méthodes.

b) Cas de la compression

Seule la méthode par rayons X est utilisable, les éprouvettes comprimées ayant des dimensions trop faibles pour être montées dans l'appareil de mesures magnétiques (Cf. Chap. II). Le tableau IX donne le pourcentage de phase α_e formée en fonction du taux de compression.

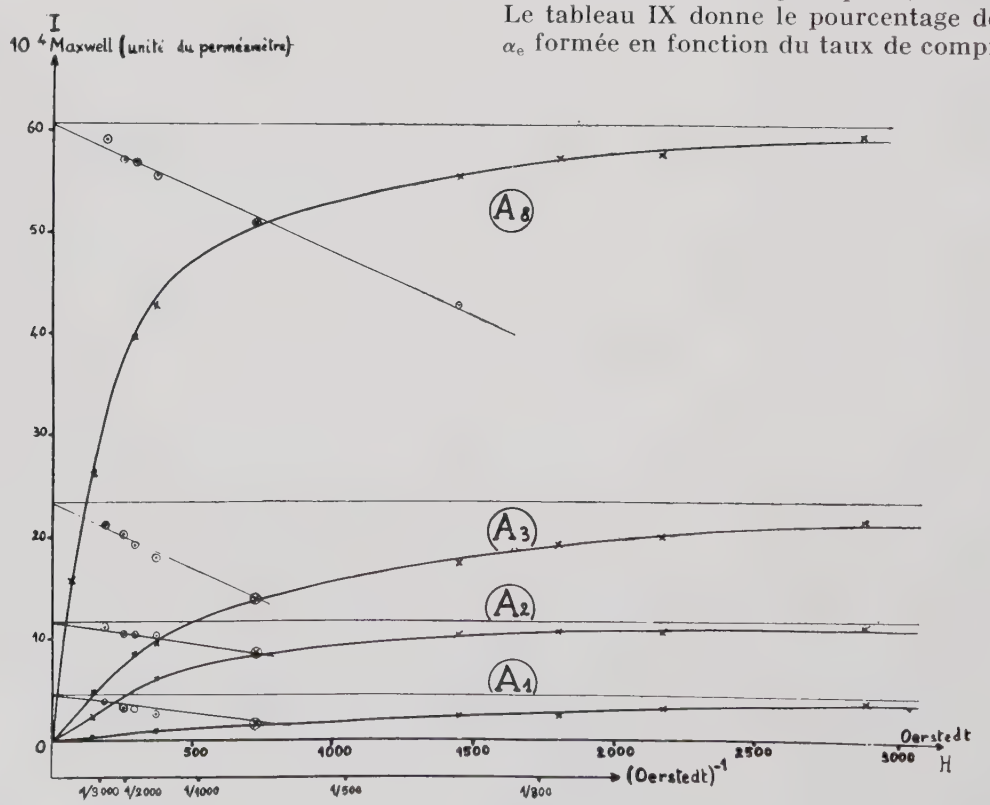


FIG. 31

Première aimantation : $I = f(H)$ et $I = f(1/H)$.

TABLEAU IX

Quantité de phase α_e formée par compression

Taux d'écrouissage	α % (rayons X)
15 %	10
22 %	23
31 %	40
46 %	61
54 %	66

La figure 32 rassemble les résultats obtenus en compression et en étirage. On constate que :

— La quantité de phase α_e formée est proportionnelle à l'écrouissage, sauf pour les écrouissages faibles.

— Pour un même taux d'écrouissage, la quantité de phase α_e formée à la compression est légèrement supérieure à celle obtenue par étirage. Ceci provient, pensons-nous, malgré les précautions prises (Cf. Chap. III), d'une faible hétérogénéité de déformation de l'échantillon comprimé.

III. — INFLUENCE D'UNE DÉFORMATION PRÉALABLE

Afin de mettre en évidence l'influence éventuelle d'une déformation préalable au cours de laquelle il ne se formerait pas de phase α_e, sur l'apparition ultérieure de la phase d'écrouissage, nous avons réalisé successivement les opérations suivantes, sur une série d'échantillons :

— déformation de 10 à 50 % à 300° C;

— déformation à la température ambiante avec un taux d'écrouissage de 15 %.

Nous avons constaté que :

— Après la déformation à 300° C :

1) l'échantillon n'est pas magnétique;

2) l'échantillon possède une texture d'orientation préférentielle *forte*.

— Après la déformation à l'ambiante, qui, exécutée seule, est juste suffisante pour faire apparaître un peu de phase α_e, la quantité de phase α_e formée peut être considérable et atteindre 30 % pour une déformation préalable à chaud de 50 %.

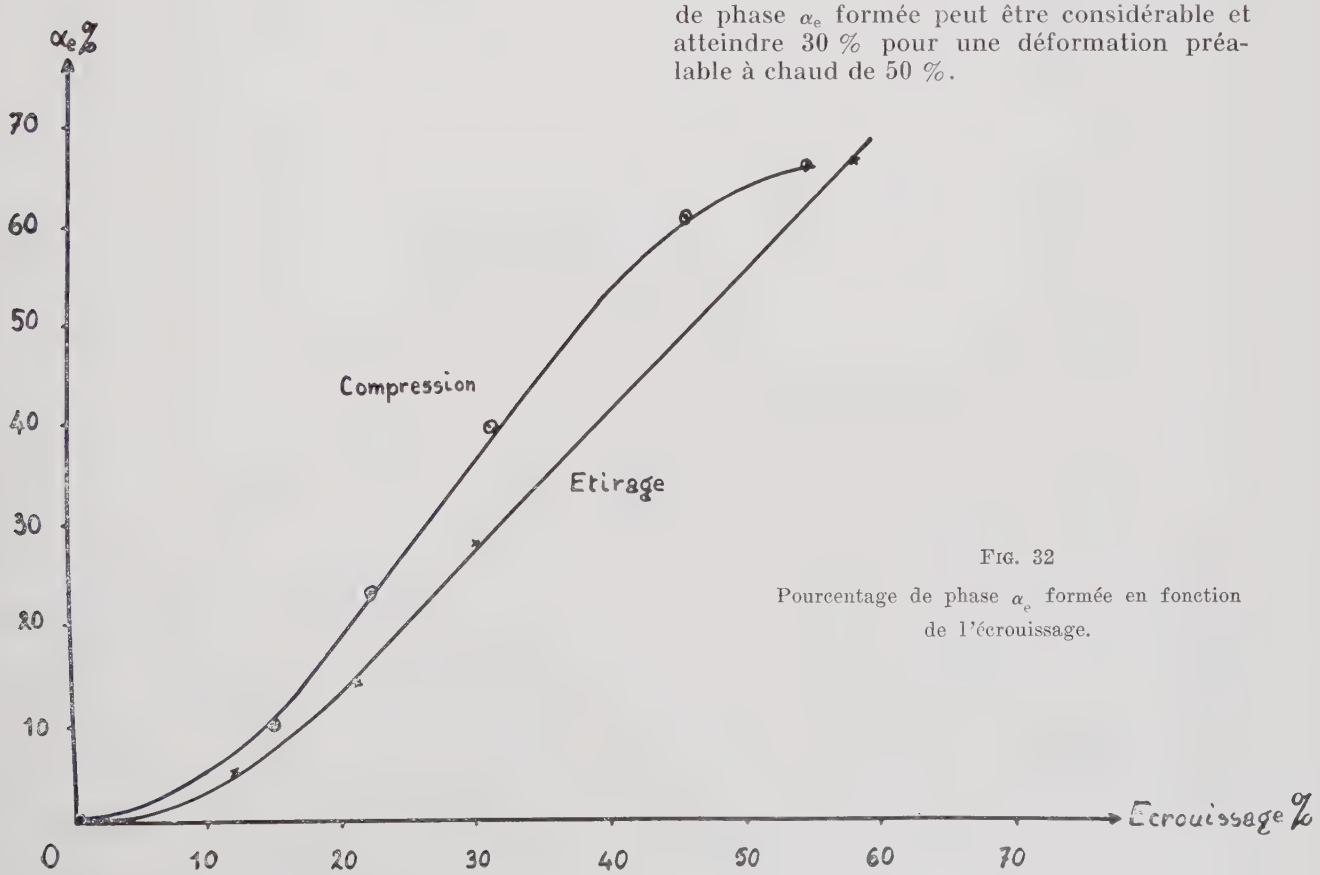


FIG. 32

Pourcentage de phase α_e formée en fonction de l'écrouissage.

La comparaison des résultats obtenus sur la série d'échantillons montre que la quantité de phase α_e formée augmente pour des écrouissages préalables croissants et tend vers une limite de l'ordre de 30 % (fig. 33).

— La phase α_e formée a une texture fortement marquée.

La quantité de phase α_e formée dans ces expériences (15 % de taux d'écrouissage à l'ambiante) est celle que l'on devrait obtenir (fig. 31) si la loi de variation (phase formée en fonction de l'écrouissage) était linéaire dès les faibles taux d'écrouissage (fig. 34). Il y a donc un seuil de déformation à atteindre pour que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$ se déclenche dans une déformation à l'ambiante : la phase α_e prend naissance dans les grains d'austénite préalablement déformés. Ces considérations peuvent être résumées dans le schéma suivant :

$$\gamma \rightarrow \gamma_{\text{ecrouie}} \rightarrow \alpha_e$$

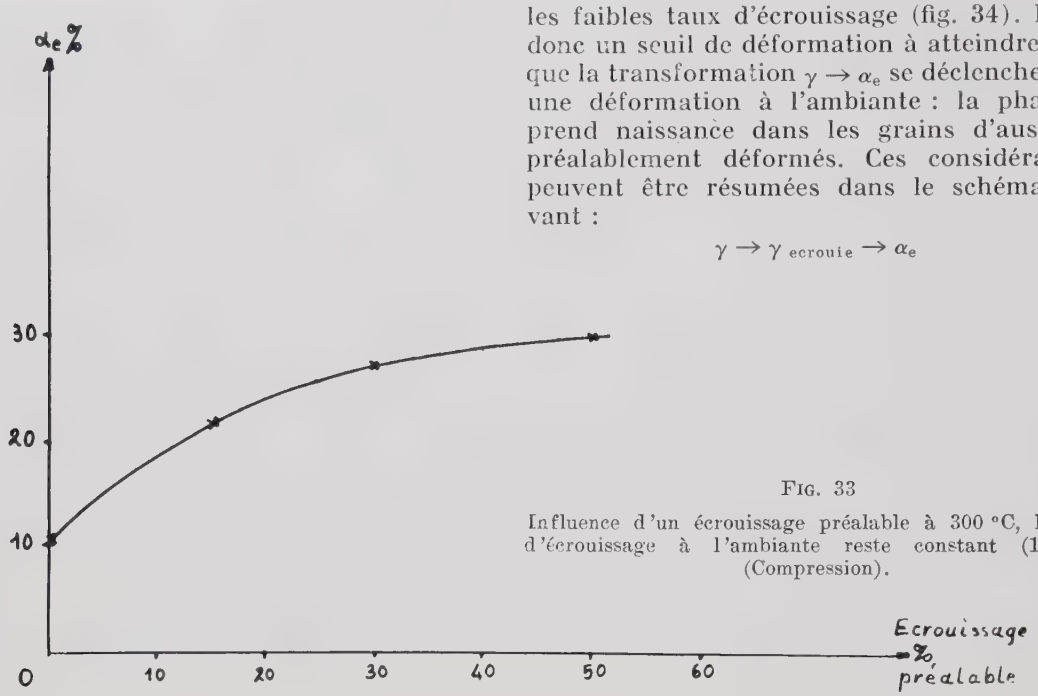


Fig. 33

Influence d'un écrouissage préalable à 300 °C, le taux d'écrouissage à l'ambiante reste constant (15 %) (Compression).

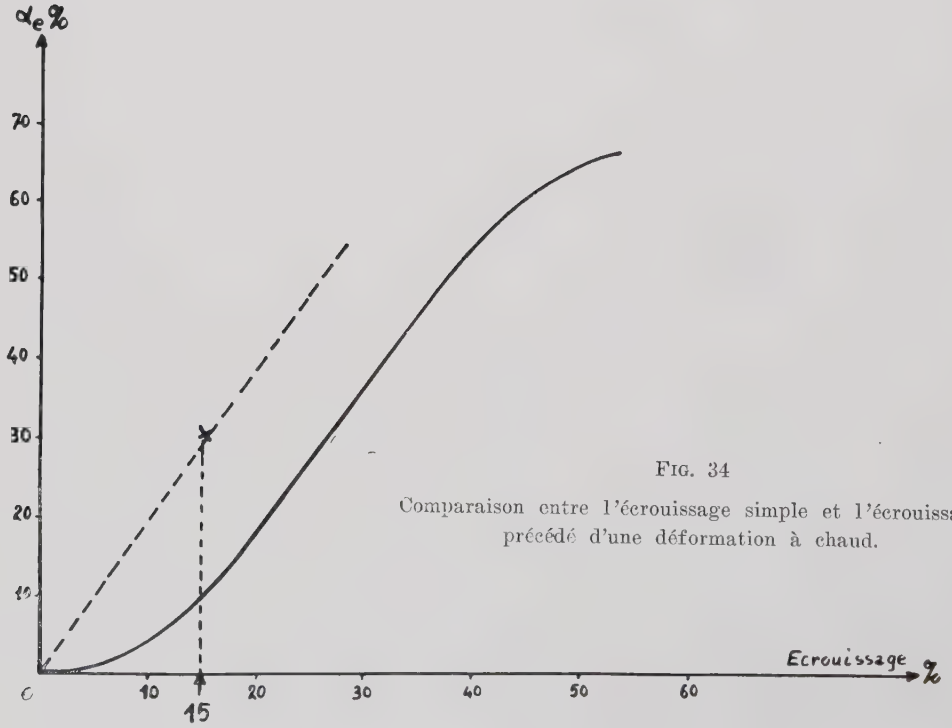


Fig. 34

Comparaison entre l'écrouissage simple et l'écrouissage précédé d'une déformation à chaud.

IV. — LES TEXTURES OBTENUES

a) Cas de la compression

Les diagrammes de Debye et Scherrer sur film plan (fig. 28 et 29) ont donné les résultats suivants : les anneaux de diffraction des deux phases présentent des renforcements d'intensité très marqués; le tableau X donne pour l'austénite, l'azimuth des taches observées (l'axe de texture étant vertical). Les renforcements ainsi observés sont en bon accord avec une texture de type <110>. Les grains d'austénite tendent à s'orienter de telle sorte qu'un axe [110] se place parallèlement à l'axe de compression.

TABLEAU X

Taches de diffraction de l'austénite comprimée
Orientation <110>

INDICES (*h k l*)	(111)	(200)	(220)	(311)
Azimut et intensité des taches observées	90° très forte 30 à 40° très forte	90° moyenne 45° forte	90° très faible 60° faible 0° très faible	90° très faible 60 à 70° faible 30° faible

TABLEAU XI

Taches de diffraction de la phase α_e *de compression*
Orientations <111> *majeure* + <100>

INDICES (*h k l*)	(110)	(200)	(211)	(220)
Azimut et intensité des taches observées	90° très forte 40 à 50° forte 30 à 40° très forte	90° moyenne 50 à 60° forte 0° moyenne	90° moyenne 60 à 70° faible 30 à 40° moy. vers 19° moy.	90° faible 45° très faible 35° faible

TABLEAU XII

Taches de diffraction de l'austénite étirée
Orientations : <111> *majeure* + <100>

INDICES (*h k l*)	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
Azimut et intensité des taches observées	70° très forte 50 à 60° très forte 0° moyenne	90° moyenne 50 à 60° forte 0° moyenne	90° moyenne 45° très faib. 35° faible	70 à 80° moy. 60° moyenne 20 à 30° faib.	70° faible 50 à 60° très faible

TABLEAU XIII

Taches de diffraction de la phase α_e *d'étirage*
Orientations : <210> *majeure* + <110> + <100> mineure

INDICES (*h k l*)	(110)	(200)	(211)
Azimut et intensité des taches observées	90° moyenne 70° très forte 60° forte 50° moyenne 0° moyenne	90° moyenne 60° faible 45° faible 20 à 30° faible 0° très faible	90° moyenne 80° moyenne 70° faible 55° moyenne 40° faible 20° moyenne

Le tableau XI donne pour la phase α_e l'azimut des taches observées (l'axe de texture étant vertical). Les taches les plus intenses font penser à l'existence d'une texture <111> (les cristaux tendent à s'orienter de telle sorte qu'une direction [111] dans chaque cristal, devienne parallèle à l'axe de compression). Quant aux taches restantes, elles indiquent une texture <100> moins marquée que la texture <111> mais dont l'existence est vérifiée par la tache à 0° sur l'anneau (200). La phase α_e a donc une double texture de compression :

<111> forte et <100> faible.

ETUDE QUANTITATIVE DES ORIENTATIONS DE COMPRESSION. — A l'aide de la méthode de dosage décrite dans le chapitre I, nous avons trouvé comme pourcentage de cristaux s'orientant suivant l'une ou l'autre de ces textures (fig. 35) :

texture <111> 70 %

texture <100> 30 %

Ces mesures ont été effectuées sur un échantillon écroui à 70 %. Toutefois les orientations préférentielles sont observables dès que la phase α_e est décelable par rayons X; ainsi pour un écrouissage de 20 % seulement, la proportion de cristaux orientés suivant l'une ou l'autre des textures est déjà de l'ordre de 70 % et 30 %. Les mesures ont été effectuées sur l'échantillon le plus écroui parce que la grande quantité de phase α_e présente dans l'échantillon, permet une évaluation plus précise du pourcentage de chaque orientation.

b) Cas de l'étirage

Les diagrammes Debye et Scherrer, plus touffus, sont toutefois possibles à interpréter complètement, au moins dans le cas des anneaux de l'austénite résiduelle. Le tableau XII donne les positions des renforcements visibles sur les anneaux successifs de la phase γ.

L'interprétation *ne peut* se faire qu'en faisant intervenir les deux orientations préférentielles : <111> et <100>, l'orientation <111> étant la plus forte. Nous reviendrons ultérieurement sur les valeurs des intensités relatives de ces orientations.

Le tableau XIII donnant l'azimut des renforcements sur les anneaux de la phase α_e montre bien la complexité des diagrammes pour cette phase. L'ensemble des résultats

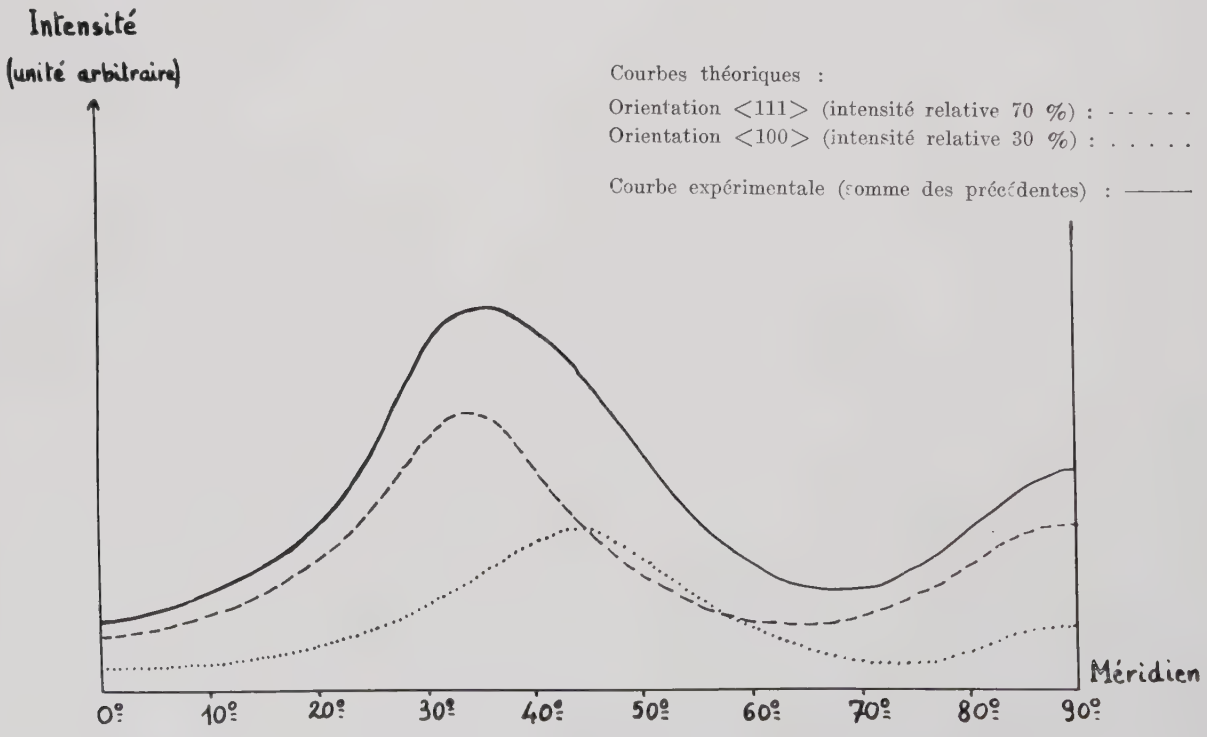


FIG. 35

Courbes de noircissement pour les pôles des plans $(110)_{\alpha_e}$ (compression).

expérimentaux conduit aux remarques suivantes :

1) Les renforcements sont très nombreux d'où l'existence d'une texture complexe.

2) On relève l'existence de quelques bandes largement étalées et difficiles à résoudre.

3) L'orientation <110> existe, puisqu'il y a une tache au « sommet » (azimut 0) de l'anneau (110) et à 60°. La tache à 45° de l'anneau (200) est moins nettement séparée mais encore visible.

4) Si on élimine les taches correspondant à l'orientation <110> il subsiste encore de nombreuses taches intenses indiquant une orientation forte. En lisant le tableau III des orientations les plus simples vers les plus compliquées, on constate que les résultats expérimentaux du tableau XIII correspondent à une orientation préférentielle <210>. Il reste toutefois une tache non expliquée.

5) Cette dernière tache (au sommet de l'anneau (200)) fait penser à l'existence d'une orientation <100>. Remarquons que cette orientation <100> ne peut seule, jointe à l'orientation <110>, expliquer toutes les taches.

En conclusion, l'examen de ces clichés, enregistrés à plusieurs reprises sur de nombreux échantillons, conduit à reconnaître l'existence de :

une orientation forte <210>,

une orientation moyenne <110>,

une tache sur l'anneau (200) seulement explicable par une orientation <100> faible.

Il subsiste donc une incertitude puisque cette orientation <100> n'est pas vérifiable sur d'autres taches : nous pensons que ces dernières sont confondues avec celles des deux autres orientations pour les anneaux (110), (200), (220) ou entourées de taches tellement proches qu'on ne peut les résoudre (c'est le cas de l'anneau (211)).

L'étude quantitative des textures apportera la solution de cette question.

ETUDE QUANTITATIVE DES ORIENTATIONS D'ETIRAGE. — A cause de la symétrie de révolution, il nous a suffi d'étudier les intensités le long d'un quart de méridien de la sphère des pôles, soit pour les normales (110) α_e, soit pour les normales (111) γ.

1) Cas de la phase α_e :

Pour les pôles (110) α_e, la répartition des intensités mesurées est donnée par la courbe de la figure 36.

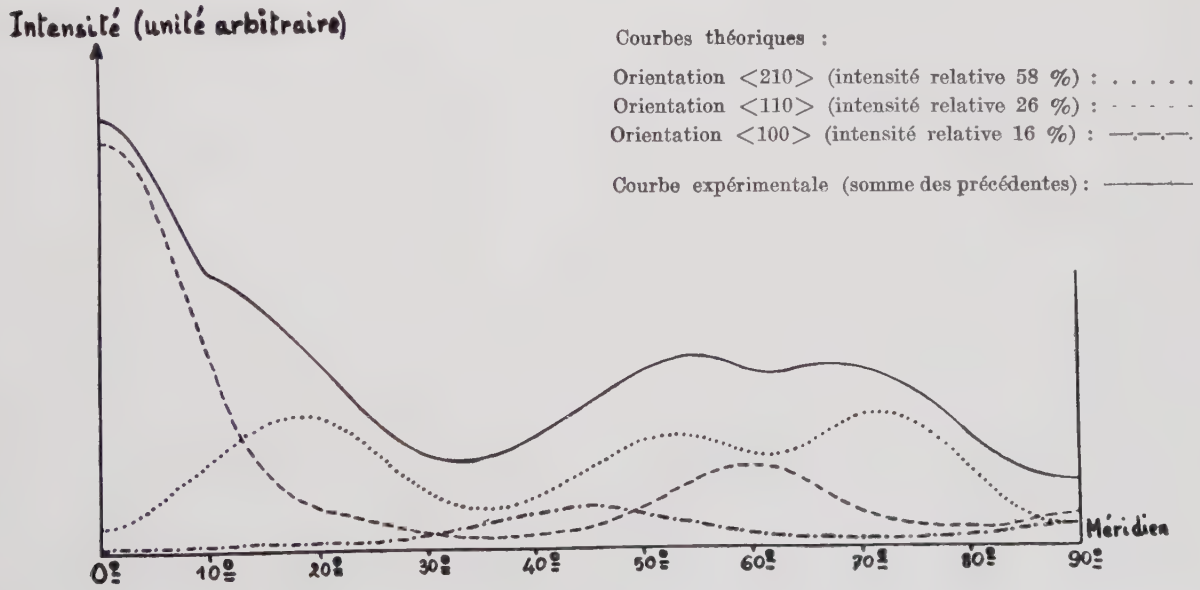


FIG. 36

Courbes de noircissement pour les pôles des plans (110) α_e (étirage).

Considérons la texture <210> :

Nous devons avoir théoriquement pour les pôles (110) α_e une répartition d'intensité présentant des sommets d'intensité d'inégales hauteurs à 18°26', 50°46' et 71°34'. Pour tracer la courbe théorique d'intensité, nous devons tenir compte des faits suivants :

— pour un cristal orienté suivant <210>, il existe :

une normale <110> dont l'angle avec <210> vaut 18°26';

deux normales <110> dont l'angle avec <210> vaut 50°46';

trois normales <110> dont l'angle avec <210> vaut 71°34'.

— les parallèles de la sphère des pôles à 18°26', 50°46' et 71°34' sont d'inégales longueurs; donc les intensités sont plus ou moins « diluées » suivant la longueur du parallèle considéré.

Finalement, pour tracer la courbe théorique de répartition d'intensités, nous avons admis l'existence autour de chaque maximum d'une répartition de Gauss des intensités; en multipliant les ordonnées de la courbe de Gauss par un facteur caractérisant le nombre de plans réfléchissant et la longueur du parallèle considéré, nous obtenons l'intensité au voisinage du parallèle :

$$I = C_1 \times n \times \frac{1}{\text{Sin } \theta_o} e^{-K(\theta - \theta_o)^2}$$

n = nombre de plans réfléchissant

$\frac{1}{\text{Sin } \theta_o}$ = facteur de « dilution » de l'intensité le long du parallèle.

K = facteur proportionnel à l'écart type et caractérisant la dispersion autour de la valeur θ_o. (K a été choisi de manière à donner une dispersion semblable à la dispersion expérimentale : K = 1/150).

C_1 = constante proportionnelle au volume de cristaux ayant l'orientation <210>.

Si $\theta_o = 0$ (maximum d'intensité au voisinage de l'axe de texture) la formule précédente n'est plus applicable (Sin $\theta_o = 0$). Le théorème de Guldin * montre que la « dilution » d'intensité se fait suivant un parallèle de rayon non nul, dont l'azimut correspond à celui du centre de gravité de la courbe de répartition.

La figure 36 montre clairement que pour la valeur K = 1/150 choisie, il faut prendre 1/Sin θ_o = 1/Sin 5°.

Pour 18°26', on a : $n = 1$
$1/\text{Sin } \theta_o = 3{,}163$

Pour 50°46', on a : $n = 2$
$1/\text{Sin } \theta_o = 1{,}291$

Pour 71°34', on a : $n = 3$
$1/\text{Sin } \theta_o = 1{,}054$

La courbe théorique résultante donne (fig. 36) la répartition des intensités le long d'un méridien, pour la texture <210>. L'ordonnée de cette courbe est proportionnelle au volume de cristaux ayant l'orientation <210> (facteur de proportionnalité C_1). On a donc :

$$I_{<210>} = C_1 \times f_1(\theta)$$

$C_1 = 1$ si la texture <210> existait seule.

De même pour les textures <110> et <100> nous aurons :

$$I_{<110>} = C_2 \times f_2(\theta)$$
$$I_{<100>} = C_3 \times f_3(\theta)$$

La représentation de la courbe expérimentale sera obtenue en ajoutant les ordonnées des trois courbes théoriques élémentaires, en remarquant que $C_1 + C_2 + C_3 = 1$, les valeurs respectives de ces trois constantes étant choisies de telle sorte que la courbe théorique complète soit identique à la courbe expérimentale.

Les valeurs C_1, C_2, C_3 *ainsi obtenues représentent le pourcentage en volume de cristaux ayant l'une des trois orientations prévues.* Nous appellerons ces trois constantes « intensités relatives des trois textures ». Pour la phase α_e, nous obtenons ainsi :

$C_1 = 0{,}58$ soit 58 % pour <210>
$C_2 = 0{,}26$ soit 26 % pour <110>
$C_3 = 0{,}16$ soit 16 % pour <100>

La bonne concordance de la courbe théorique et de la courbe expérimentale montre que les orientations (en particulier l'orientation <100> la moins nette) sont bien celles trouvées dans l'étude qualitative.

* Le volume de révolution engendré par une courbe méridienne est égal au produit de l'aire limitée par cette courbe par la circonférence décrite par son centre de gravité. Ce centre de gravité est la distance θ_o du point 0° de la courbe méridienne.

2) Cas de la phase γ :

La même méthode appliquée à la phase γ, nous permet de chiffrer les intensités relatives des deux directions d'orientation préférentielles, déterminées par la méthode qualitative : <111> et <100>.

La texture <111> correspond à deux maxima sur la sphère des pôles des plans (111) : à 0° et à 70°32'. Il existe un seul pôle pour la première valeur et trois pour la seconde, d'où les courbes de répartition (fig. 37) :

$$I_1 = C_1 \times f_1(\theta)$$
$$I_2 = C_2 \times f_2(\theta)$$

La somme des courbes de répartition reproduit parfaitement la courbe expérimentale à condition de prendre :

$$C_1 = 58\ \%\ \text{pour}\ <111>$$
$$C_2 = 42\ \%\ \text{pour}\ <110>$$

V. — EXAMENS MICROGRAPHIQUES

La figure 20 (attaque électrolytique par l'acide oxalique saturé, G = 2.350) montre une plage d'un échantillon comprimé (axe vertical : axe de la compression, dont l'axe horizontal correspond à la direction moyenne de l'écoulement du métal au cours de la déformation).

On peut y observer :

— que la phase α_e (grise) s'est formée à la limite des glissements de l'austénite (blanche) (voir aussi fig. 18), d'où l'aspect de bandes alternées blanches et grises des deux phases.

— que l'interface est une ligne finement brisée.

— des figures de corrosion dans l'une et l'autre phase.

La phase α_e et l'austénite résiduelle provenant d'un même grain initial d'austénite (dont les contours sont encore en partie visibles) l'interprétation des figures de corrosion doit renseigner sur les relations de réseau entre les deux phases :

La diagonale horizontale de la figure de corrosion carrée à fond plat formée dans la phase γ (en bas et à droite sur le cliché) indique une direction d'écoulement du type <110>. L'acide oxalique dissout préférentiellement l'austénite suivant les faces du cube, c'est-à-dire suivant les plans cristallographiques (100).

La figure de corrosion de contour hexagonal quoique un peu déformée (par suite de la per-

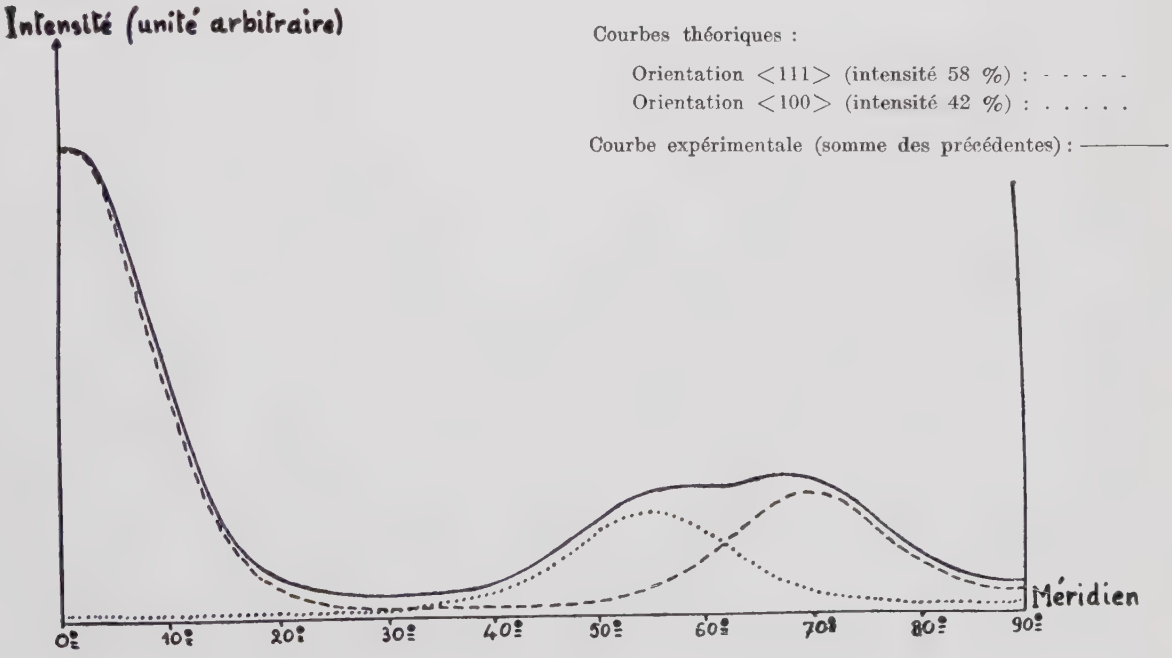


FIG. 37

Courbes de noircissement pour les pôles des plans (111)γ (étirage).

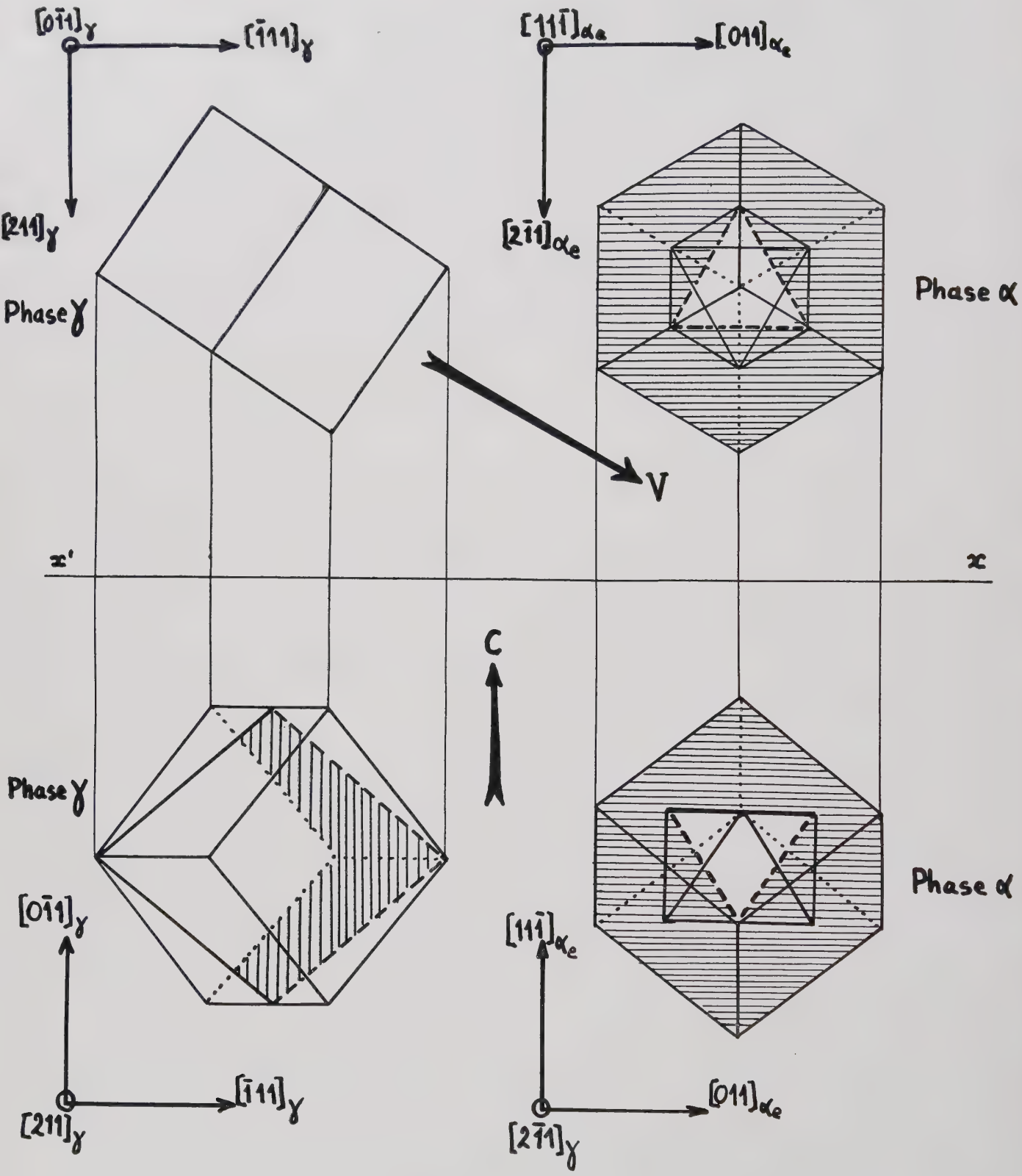


FIG. 38

B) Epure des figures de corrosion de la figure 52.

A) Epure des figures de corrosion de la figure 20.

turbation de la phase α_e) (à gauche sur le cliché) est formée dans la phase α_e, le fond est triangulaire et plat. L'acide oxalique dissout préférentiellement la phase α_e suivant les plans diagonaux, c'est-à-dire suivant les plans cristallographiques (111) : l'interprétation de cette dernière figure de corrosion est difficile et nécessite une série d'épures : la figure 38 donne l'épure conduisant à l'explication complète de la forme de la figure de corrosion. La direction d'écoulement est voisine de <111>.

Ces deux figures de corrosion correspondent finalement à la relation suivante, semblable à celle donnée par Kurdjumov et Sachs dans le cas de la martensite obtenue par trempe [28] :

$[011]\ \gamma$ parallèle à $[101]\ \alpha$

$(11\bar{1})\ \gamma$ parallèle à $(10\bar{1})\ \alpha$

Nous n'avons pu observer de figures de corrosion dans la phase α_e conduisant à une orientation (100) : le réactif attaquant préférentiellement suivant les plans (111), une figure de corrosion carrée a peu de chance de se produire.

Dans le cas de l'étirage, nous avons pu mettre en évidence les orientations <210> et

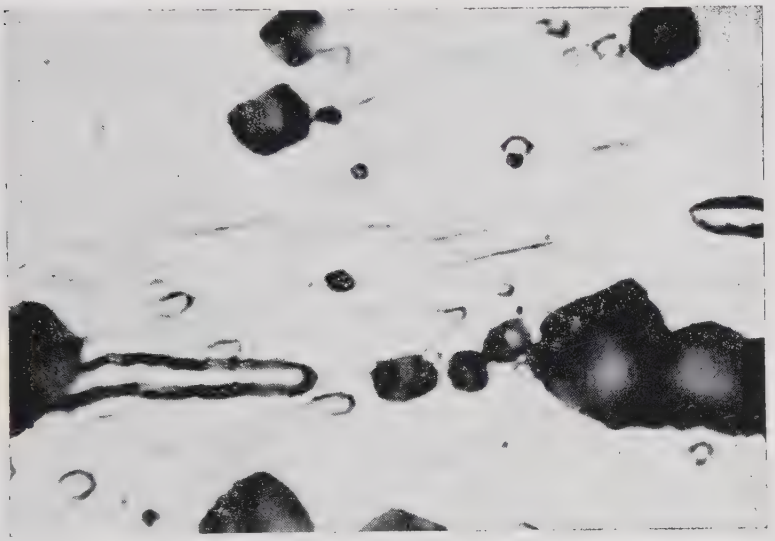


FIG. 39

Acier A (18-8). G = 2 350. Attaque oxalique. Echantillon étiré à l'ambiante (58 %). Axe d'étirage horizontal. Figures de corrosion dans la phase α_e. Orientation <210> et <110>. Plan de la figure : (100).

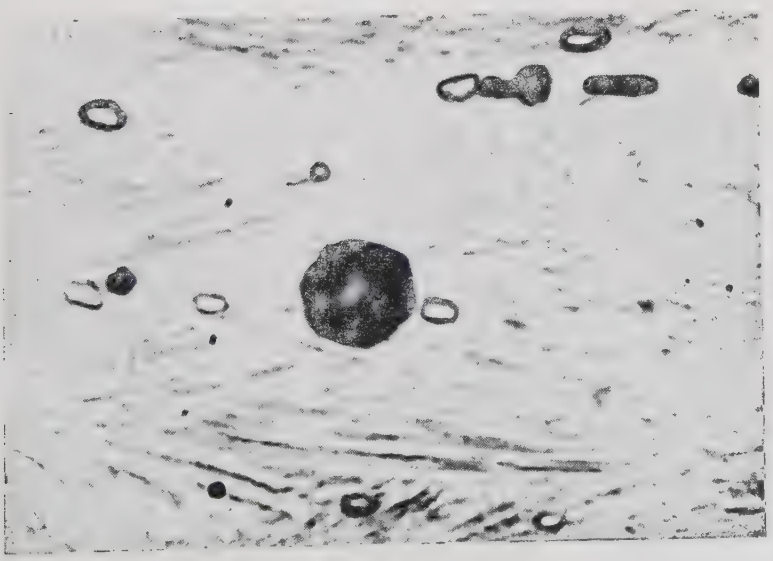


FIG. 40

Acier A (18-8). G = 2 350. Attaque oxalique. Même préparation que la figure 20. Orientation $<110>\alpha_e$. Plan de la figure voisin de (111).

<110> (fig. 21 et 22 et fig. 39 et 40) par l'étude des figures de corrosion. Pour la même raison que ci-dessus, l'orientation <100> n'est pas mise en évidence par cette méthode.

VI. — PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

a) Dureté

Les mesures ont été effectuées sur :

— une série d'échantillons comprimés à 40 %, donc transformés à peu près à moitié en phase α_e et contenant 50 % environ d'austénite résiduelle déjà fortement écrouie;

— certains échantillons comprimés à 300° C et ne contenant donc que de l'austénite écrouie;

— des échantillons hypertrempés, dans le but de connaître la dureté de l'austénite initiale.

Les résultats sont donnés dans le tableau XIV. Ils mettent en évidence l'influence de la phase α_e sur la caractéristique mécanique étudiée : la présence de phase α_e augmente notablement la dureté. (Ceci corrobore le fait que l'usinage ou l'étirage à froid d'éprouvettes contenant de la phase α_e est difficile.)

Tableau XIV

Dureté de l'acier A écroui (compression)

Traitement	Phases	Dureté Vickers
Hypertrempé	γ	180
Comprimé à 300° C	γ écrouie	300
Comprimé à 20° C	$\alpha_e + \gamma$ résiduelle	440

b) Module d'élasticité et frottement intérieur

DANS LE CAS DE L'ACIER A. — Les valeurs de f/2 et des modules sont données dans le tableau XV.

La figure 41 donne les courbes de variation du module en fonction du taux d'écrouissage. On constate que :

— la diminution du module pour des écrouissages croissants est plus sensible pour les échantillons écrouis à l'ambiante que pour ceux étirés à 300° C;

— le module des échantillons étirés à 300° C, donc sans qu'il y ait de transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$, diminue en fonction de l'écrouissage selon une loi de variation sensiblement linéaire;

— dans le cas des échantillons écrouis à l'ambiante, au contraire, la diminution de module est d'abord rapide puis plus lente. Le changement de pente se produit pour un écrouissage de 25 %.

Il nous a semblé intéressant de vérifier si l'anomalie constatée du module d'élasticité existait également pour le frottement intérieur (fig. 41).

Pour des échantillons étirés à 300° C, le frottement intérieur varie peu en fonction du

Tableau XV

Module d'élasticité et frottement intérieur
Acier A (18-8)

		Ecrouissage %	Demi-fréquence $f/2$ K Hz	Module M kg/mm²	Frottement intérieur δ
20 °C	A_0	0	12,045	20 830	$1{,}25 \times 10^{-3}$
	A_1	12	11,720	19 690	$1{,}7 \times 10^{-3}$
	A_2	21	11,490	18 970	$1{,}8 \times 10^{-3}$
	A_3	30	11,345	18 490	$1{,}9 \times 10^{-3}$
	A_8	58	11,030	17 605	$1{,}4 \times 10^{-3}$
300 °C	A_{1C}	12	11,966	20 570	$1{,}3 \times 10^{-3}$
	A_{2C}	21	11,924	20 430	$1{,}37 \times 10^{-3}$
	A_{3C}	30	11,908	20 380	$1{,}5 \times 10^{-3}$
	A_{4C}	40	11,795	19 990	$1{,}6 \times 10^{-3}$
	A_{5C}	65	11,670	19 500	$1{,}65 \times 10^{-3}$

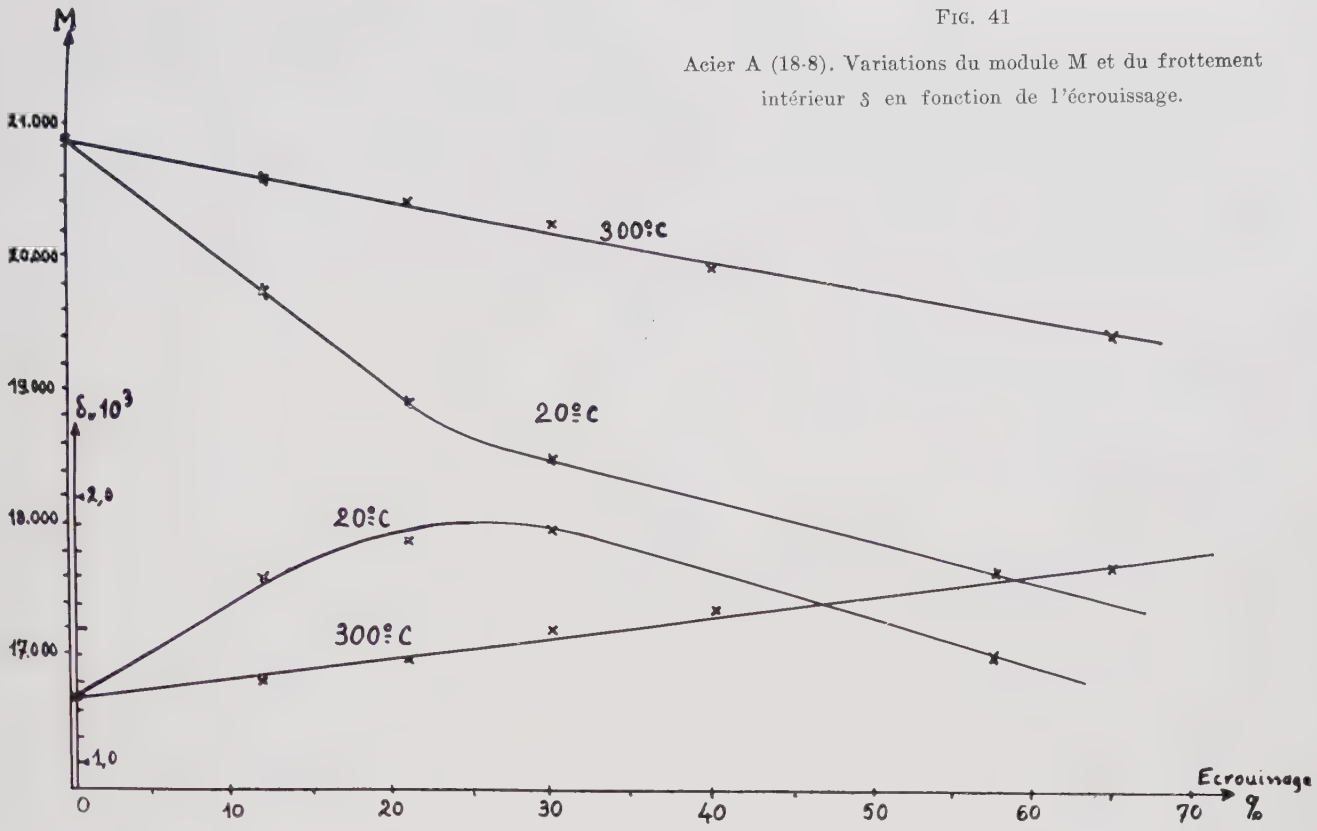


FIG. 41

Acier A (18-8). Variations du module M et du frottement intérieur δ en fonction de l'écrouissage.

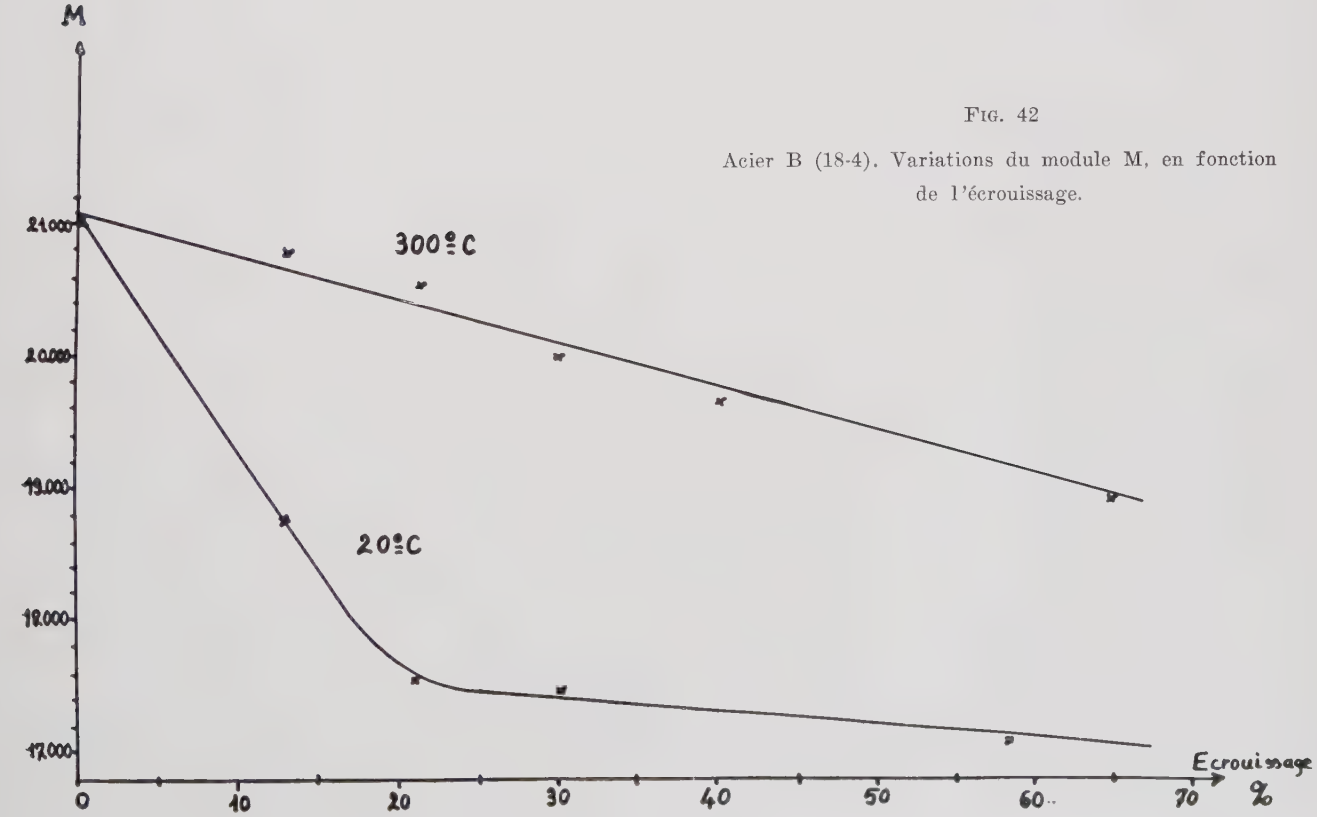


FIG. 42

Acier B (18-4). Variations du module M, en fonction de l'écrouissage.

taux d'écrouissage; pour les éprouvettes écrouies à l'ambiante, le frottement intérieur passe par un maximum se produisant pour la même valeur de l'écrouissage que l'anomalie du module (voir Chap. VI).

DANS LE CAS DE L'ACIER B. — Contenant avant écrouissage deux phases, les résultats sont analogues à ceux obtenus sur l'acier A en ce qui concerne les modules (tableau XVI et fig. 42). Les résultats des mesures de frottement intérieur sont très dispersés et cette caractéristique ne semble pas varier de façon simple en fonction de l'écrouissage (tab. XVI).

Tableau XVI

Module d'élasticité et frottement intérieur
Acier B (18-4)

		Ecrouissage %	Demi-fréquence $f/2$ KHz	Module M kg/mm²	Frottement intérieur δ
20° C	B_0	0	12,140	20 990	$1,7 \times 10^{-3}$
	B_1	12	11,491	18 730	$1,3 \times 10^{-3}$
	B_2	21	11,105	17 550	$1,8 \times 10^{-3}$
	B_3	30	11,070	17 500	$1,8 \times 10^{-3}$
	B_8	58	10,970	17 070	$1,2 \times 10^{-3}$
300° C	B_{1C}	12	12,105	20 850	$1,5 \times 10^{-3}$
	B_{2C}	21	12,034	20 610	$1,55 \times 10^{-3}$
	B_{3C}	30	11,840	20 000	$1,15 \times 10^{-3}$
	B_{4C}	40	11,720	19 600	$1,4 \times 10^{-3}$
	B_{5C}	65	11,530	18 960	$2,0 \times 10^{-3}$

Chapitre V

Etude de la phase α_e obtenue par laminage. Textures des tôles

L'étude de la phase α_e obtenue par laminage a été effectuée à partir de l'acier A (type 18-8), dans certains cas de l'acier B (type 18-4 au manganèse), et de l'acier C (entièrement ferritique).

Ce chapitre se divise en quatre paragraphes :

— pourcentage de phase α_e formée en fonction de l'écrouissage;

— figure de pôles de l'austénite résiduelle et de la phase α_e;

— interprétation des figures de pôles : relations d'orientation;

— aspect micrographique.

I. — POURCENTAGE DE PHASE α_e FORMÉE EN FONCTION DE L'ÉCROUISSAGE

L'état initial (A_0) des matériaux utilisés correspond à des tôles de 8,2 mm d'épaisseur, recuites à 1.150° C pendant une demi-heure, puis hypertrempées à l'eau : au départ, les tôles sont 100 % austénitiques et dépourvues de toute orientation préférentielle comme nous avons pu le vérifier.

Tableau XVII

Ecrouissage et phase α_e formée
Acier A laminé (18-8)

	mm Epaisseur	% Ecrouissage	% Phase α_e formée
A_0	8,19	0	0
A_1	7,36	10,1	22
A_2	6,60	19,4	45
A_3	6,06	26,0	74
A_4	5,50	32,6	78
A_5	3,30	59,6	80

Par des opérations successives de laminage à froid, sans recuit intermédiaire, nous avons obtenu des échantillons de tôles dont les épaisseurs sont données dans le tableau XVII. Il n'a pas été possible d'obtenir des épaisseurs inférieures à 3,3 mm : le métal devenant trop dur, des fissures apparaissent. Le tableau XVII indique en outre le taux d'écrouissage des tôles laminées et la quantité de phase α_e formée : la méthode d'analyse basée sur l'emploi des rayons X est celle décrite au Chapitre I.

II. — FIGURES DE POLES DANS L'AUSTÉNITE RÉSIDUELLE ET DANS LA PHASE α_e

Nous avons tracé les figures de pôles (Cf. Chap. I) :

— de l'austénite pour les pôles (111) et (100) ;

— de la phase α_e pour les pôles (110) et (100).

Lorsque l'écrouissage augmente, les concentrations des pôles se font de plus en plus nettes mais conservent toujours la même disposition topographique. Nous reproduisons dans les figures 44 et 45, les figures de pôles (111) γ et (110) α obtenues sur l'échantillon A_5 (acier 18-8 écroui à 60 %).

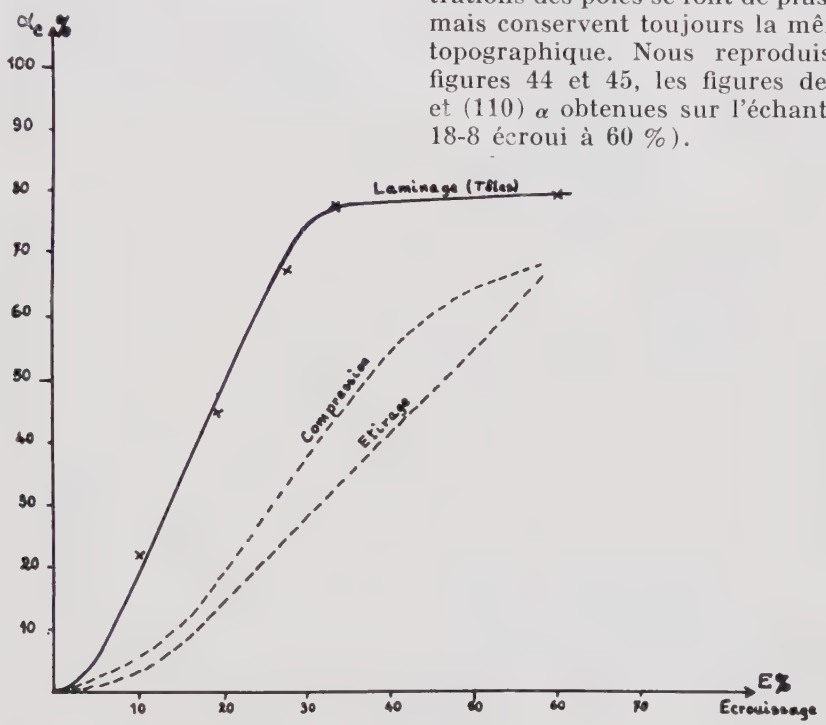


FIG. 43

Pourcentage de phase α_e formée par laminage.

La figure 43 donne la courbe de variation du pourcentage de phase α_e formée en fonction de l'écrouissage : pour des faibles valeurs du taux d'écrouissage, la quantité de phase α_e varie rapidement et tend vers une valeur de l'ordre de 80 % à partir d'un taux d'écrouissage de 25 %. En comparant cette variation à celles obtenues pour une déformation de compression ou par étirage, on note la non-superposition des trois courbes; ceci provient, comme nous le verrons plus loin, de légères différences dans le mécanisme de la transformation pour ces trois modes de déformation.

L'austénite résiduelle (fig. 44) est orientée de telle sorte que le plan de laminage soit un plan $(0\bar{1}1)$ γ, la direction de laminage une direction $[211]$ γ. La correspondance avec la figure de répartition théorique des pôles (croix de la figure) est bonne.

La phase α_e (fig. 45) a deux orientations privilégiées :

1. — Plan de laminage $(11\bar{1})$ α_e, direction de laminage $[2\bar{1}1]$ α_e : orientation majeure. (Répartition théorique des pôles indiquée par les points ronds).

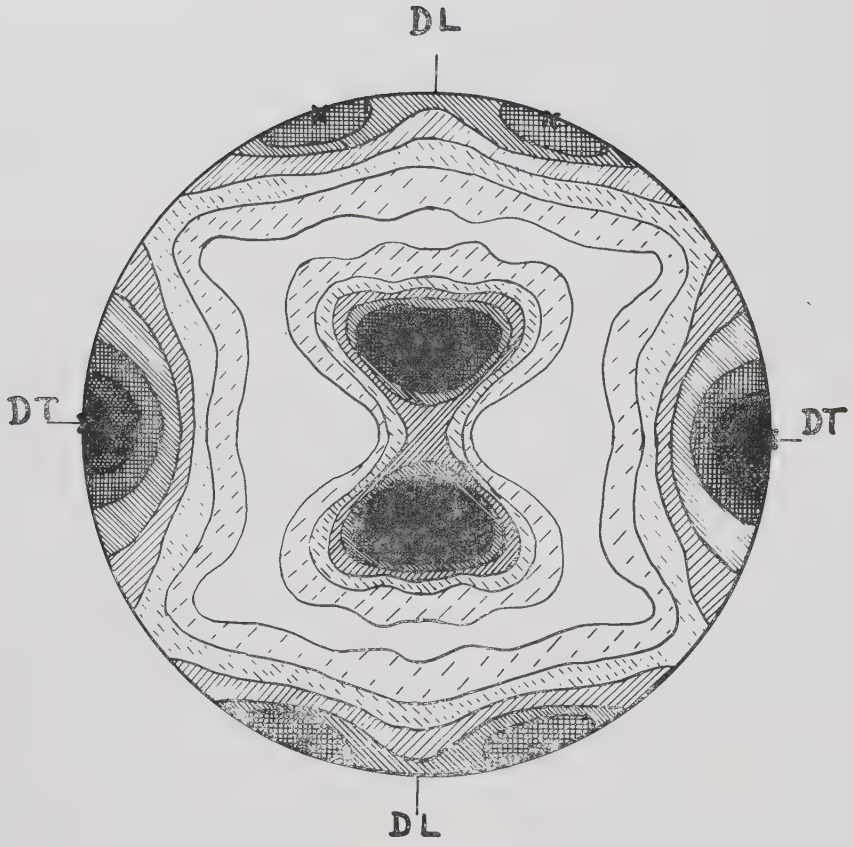


FIG. 44
Figure de pôles $(111)\gamma$

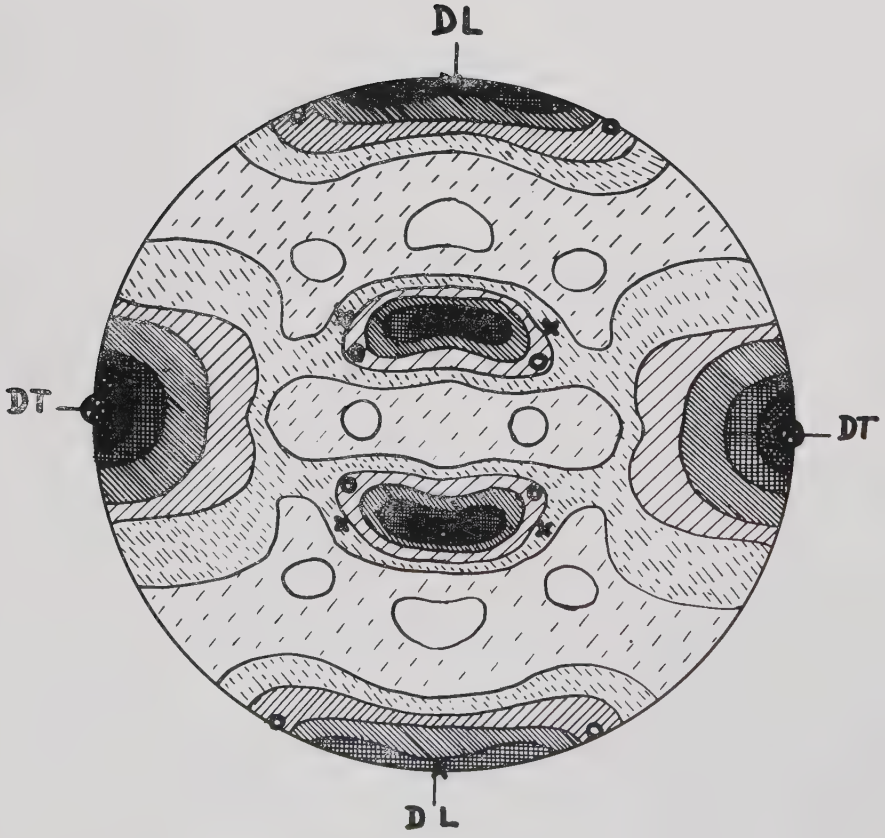


FIG. 45
Figure de pôles $(110)\alpha_e$

2. — Plan de laminage (100), direction de laminage $[0\bar{1}1]\ \alpha_e$: orientation mineure. (Répartition théorique des pôles indiquée par des croix.)

Les correspondances de ces deux orientations avec les répartitions théoriques de pôles sont bonnes; nous avons en outre vérifié que les autres orientations classiques [23] pour une phase cubique centrée : (100) [011], $(\bar{1}11)$ [110], (112) $[1\bar{1}0]$, $(\bar{1}13)$ [110] et $(\bar{1}15)$ [110], ne peuvent correspondre aux figures expérimentales obtenues. Au contraire, l'acier C (entièrement ferritique) a l'orientation classique (100) [011] (fig. 46).

Les figures de pôles (100) γ et (100) α_e confirment les résultats précédents.

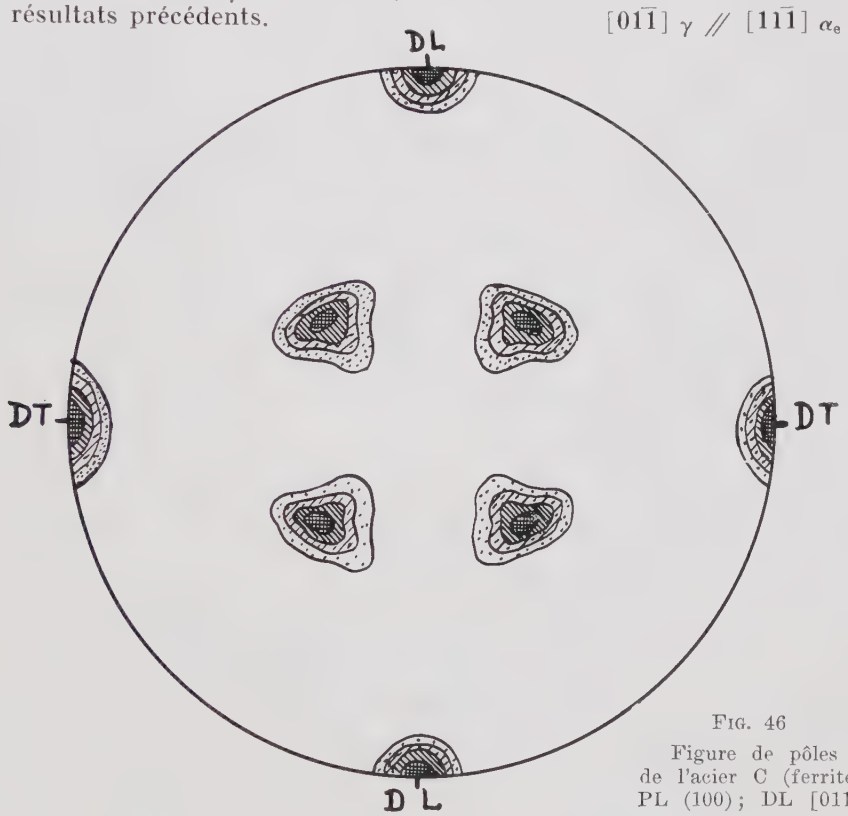


FIG. 46
Figure de pôles de l'acier C (ferrite) PL (100); DL [011].

III. — INTERPRÉTATION DES FIGURES DE POLES : RELATIONS D'ORIENTATION

Les résultats obtenus pour les textures de tôles peuvent s'écrire symboliquement :

$$\text{ou} \quad \begin{cases} (0\bar{1}1)\ \gamma \nearrow (11\bar{1})\ \alpha_e & (1) \\ (110)\ \gamma \searrow (100)\ \alpha_e & (2) \end{cases}$$

Pratiquement les figures de pôles $(\bar{1}11)\ \gamma$ et (110) α_e se superposent, les renforcements d'intensité étant disposés de la même façon On constate en particulier que le plan $(\bar{1}11)\ \gamma$ — c'est-à-dire le plan contenant l'axe de compression et la direction de laminage — est parallèle au plan (011) α_e dans le cas de la relation (1) ou de la relation (2).

Pour les directions on a [211] γ parallèle à $[2\bar{1}1]\ \alpha_e$ dans le cas de la relation (1). Il revient au même d'écrire que [011] γ est parallèle à $[1\bar{1}\bar{1}]\ \alpha$; nous retrouvons alors la relation indiquée par Kurdjumov et Sachs [24] dans le cas de la martensite des aciers au carbone :

$$\begin{aligned} (\bar{1}\bar{1}1)\ \gamma \ /\!/\ (011)\ \alpha_e \\ [01\bar{1}]\ \gamma \ /\!/\ [1\bar{1}\bar{1}]\ \alpha_e \end{aligned} \qquad (3)$$

La relation (2) nous donne la relation d'orientation trouvée par Nishiyama [25] dans le cas des aciers au carbone :

$$\begin{aligned} (\bar{1}11)\ \gamma \ /\!/\ (011)\ \alpha_e \\ [1\bar{1}2]\ \gamma \ /\!/\ [0\bar{1}1]\ \alpha_e \end{aligned}$$

que l'on peut aussi écrire :

$$\begin{aligned} (\bar{1}11)\ \gamma \ /\!/\ (011)\ \alpha_e \\ [110]\ \gamma \ /\!/\ [100]\ \alpha_e \end{aligned} \qquad (4)$$

Les figures 47 et 48 montrent comment les correspondances entre atomes dans les deux phases peuvent s'établir (les figures sont faites dans le plan $(\bar{1}11)\ \gamma$). Nous verrons plus loin

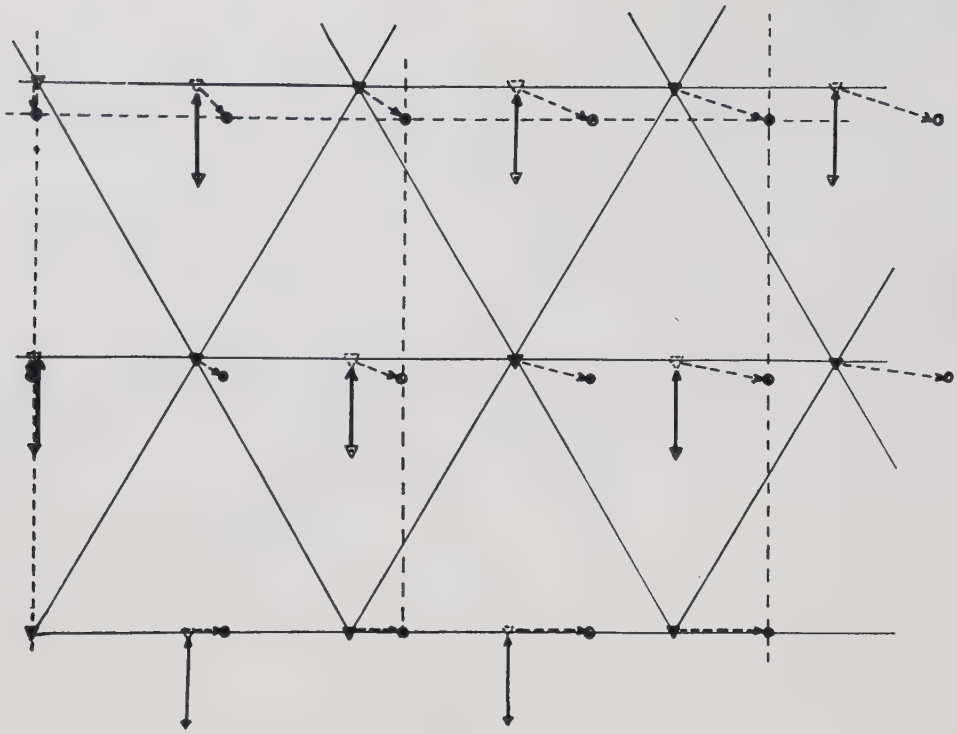


FIG. 47

Direction de laminage verticale : $[1\bar{1}2]\gamma \rightarrow [01\bar{1}]\alpha_e$.
Explications aux chapitres V et VIII.

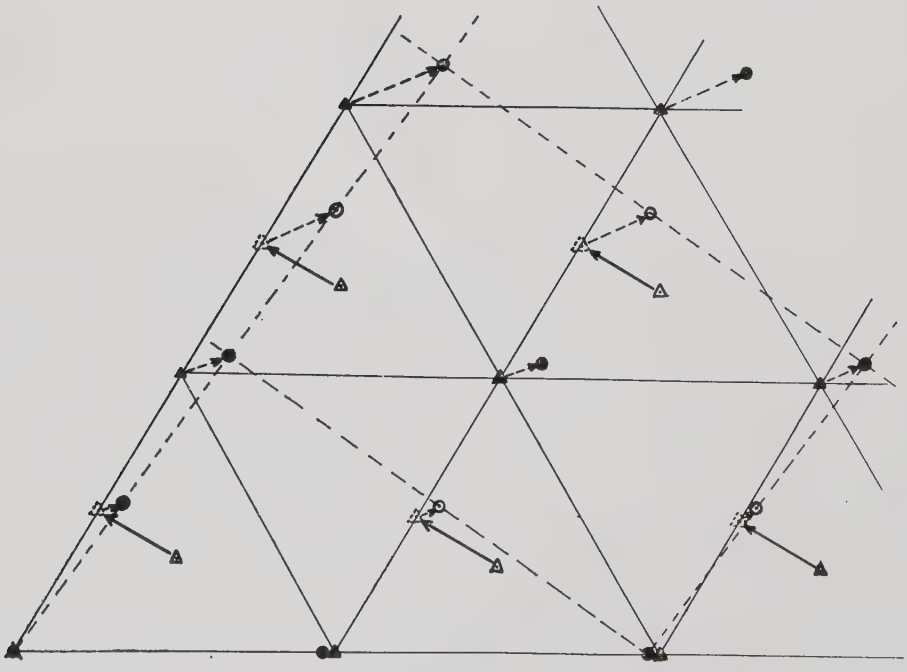


FIG. 48

Direction de laminage verticale : $[211]\gamma \rightarrow [2\bar{1}1]\alpha_e$.
Explications aux chapitres V et VIII.

que les deux relations (3) et (4) peuvent être obtenues finalement par la même correspondance entre les réseaux mais par des mécanismes légèrement différents.

IV. — EXAMENS MICROGRAPHIQUES

L'examen micrographique des échantillons de tôles laminées est très délicat, lorsque l'écrouissage devient important. Nous n'avons pu faire d'observations utiles que pour les échantillons dont le taux d'écrouissage ne dépassait pas 20 % (échantillon A2). Bien que l'aspect obtenu soit déjà très perturbé et que les figures de corrosion soient déjà très petites et assez déformées, nous avons retrouvé les deux orientations détectées par rayons X (fig. 49 et 50).

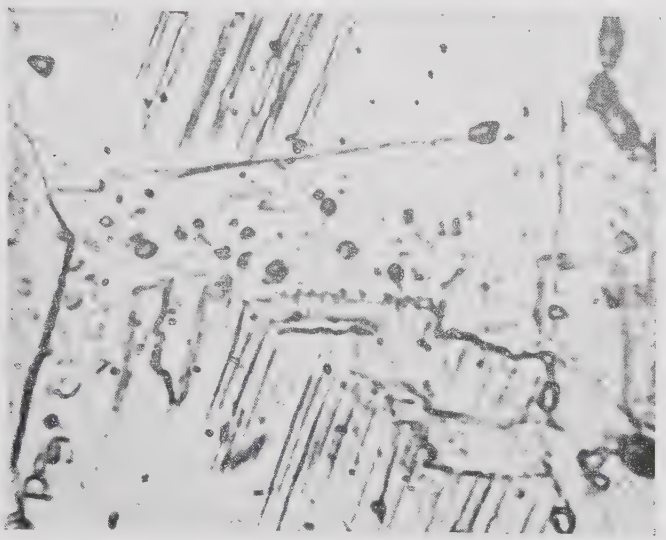


FIG. 49 G × 2 350

Tôle laminée (acier 18-8). Phase α_e.

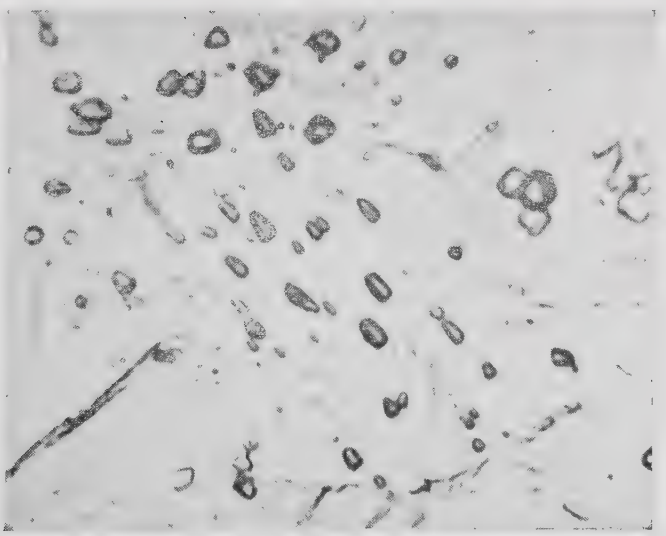


FIG. 50 G × 2 350

Tôle laminée (acier 18-8). Figures de corrosion dans les deux phases.

CHAPITRE VI

Conclusions de l'étude expérimentale

Le regroupement et la comparaison des résultats obtenus pour chacun des modes de transformation étudiés, conduisent à une conclusion générale permettant de préciser :

— les conditions d'apparition de la phase α_e,

— les relations de réseau obtenues dans la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$.

A ces deux points de la conclusion de notre étude expérimentale viendra s'ajouter un développement sur la « phase α superficielle ». Nous aurons là un exemple d'extension des conclusions du premier paragraphe, montrant que les conditions obtenues sont d'ordre très général.

I. — CONDITIONS D'APPARITION DE LA PHASE α D'ÉCROUISSAGE

Rappelons que la température de l'expérience doit être assez basse pour que la transformation puisse avoir lieu; nous ne reviendrons pas sur cette question et nous admettrons avec de nombreux auteurs [26] qu'il existe une valeur de température appelée « point M_D » telle que pour une température inférieure à celle de M_D, la transformation par écrouissage puisse avoir lieu alors que, pour une température supérieure, elle est impossible. Cette condition étant supposée réalisée, notre étude a mis en évidence cinq aspects caractéristiques de la formation de phase α_e :

1. — La phase α_e prend naissance dans une austénite préalablement déformée.

2. — Elle apparaît donc au cours de la déformation et la quantité formée croît en même temps que la déformation.

3. — La phase α_e se forme à la limite des glissements de l'austénite, d'où l'aspect en lamelles alternées de phase α_e et d'austénite.

4. — Pour des valeurs moyennes du taux d'écrouissage, la quantité de phase α_e formée est proportionnelle à ce dernier.

5. — La phase α_e, dès son apparition, possède une orientation privilégiée et il y a des relations d'orientation entre les phases γ et α_e.

II. — RELATIONS D'ORIENTATIONS

Quel que soit le mode de sollicitation, il existe des relations d'orientations entre l'austénite et la phase formée. Ces relations se résument ainsi :

axe de compression : $<110>_\gamma \nearrow <111>_{\alpha_e}$; $<110>_\gamma \searrow <100>_{\alpha_e}$

axe d'étirage : $<111>_\gamma$ et $<100>_\gamma \rightarrow <210>_{\alpha_e}$, $<110>_{\alpha_e}$, $<100>_{\alpha_e}$

Tôles laminées :

plan de laminage : ou $(0\bar{1}1)_\gamma \nearrow (11\bar{1})_{\alpha_e}$; $(110)_\gamma \searrow (100)_{\alpha_e}$

direction de laminage : ou $[211]_\gamma \nearrow [2\bar{1}1]_{\alpha_e}$; $[1\bar{1}2]_\gamma \searrow [0\bar{1}1]_{\alpha_e}$

Il faut noter que certaines de ces orientations ne se retrouvent pas de façon classique. Ainsi l'orientation d'étirage $<210>_{\alpha_e}$ n'existe pas habituellement pour un agrégat de cristaux cubiques centrés. Nous montrerons plus loin (Chap. VIII) qu'il existe effectivement une correspondance de réseaux permettant d'expliquer *toutes* les relations d'orientations que nous avons obtenues.

III. — PHASE α SUPERFICIELLE

L'apparition de phase α d'écrouissage étant liée à l'existence d'une déformation, chaque fois que des contraintes mécaniques entrent en jeu, il doit être possible de retrouver le même phénomène. Ainsi par simple dissolution de la surface (sur une très faible épaisseur) d'un échantillon austénitique hypertrempé, il est possible de voir apparaître une nouvelle phase dont l'aspect micrographique est très analogue à celui de la phase α d'écrouissage (fig. 51 et 52, fig. 53, 54 et 55).

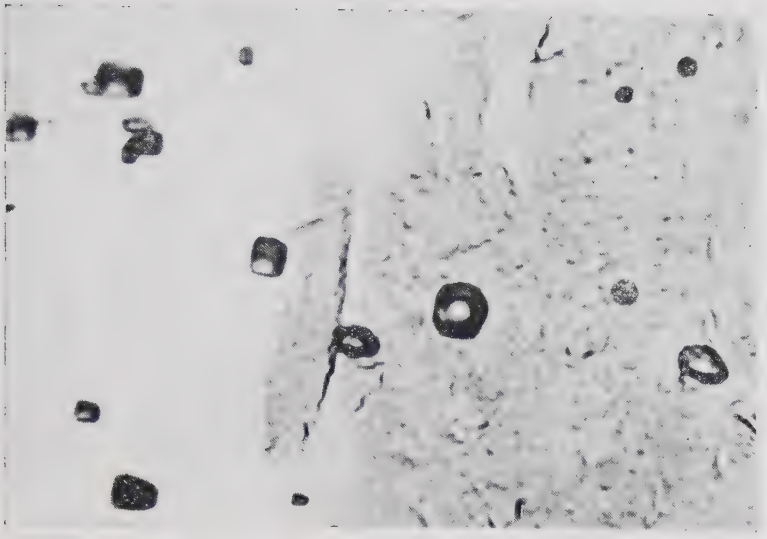


FIG. 51

Phase α_S. Figures de corrosion. Mise au point sur la surface.

G $\times$ 2 350

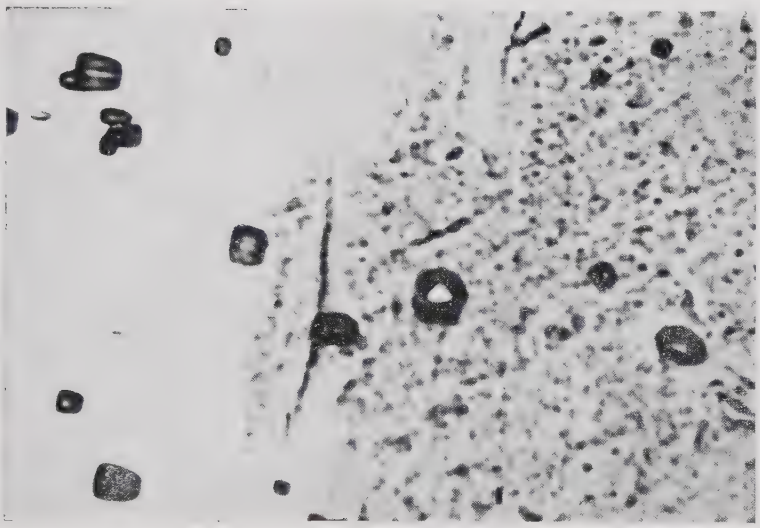


FIG. 52

Phase α_S. Figures de corrosion. Mise au point sur le fond.

G $\times$ 2 350

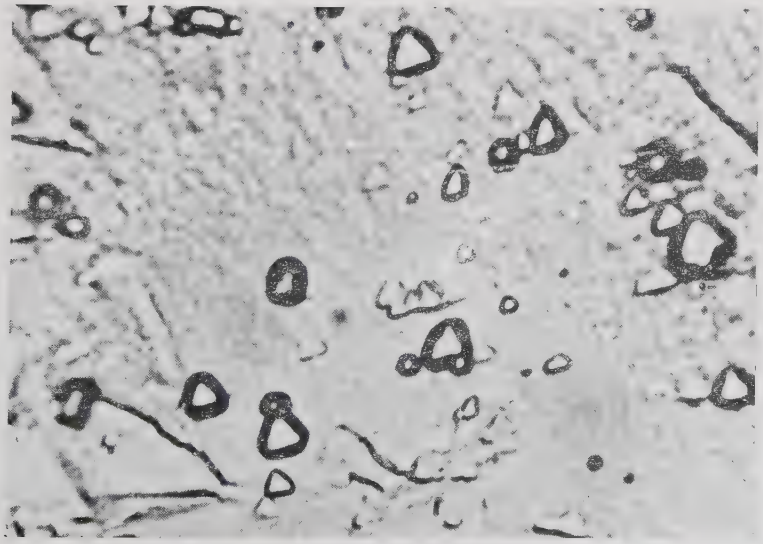


FIG. 53

Grain γ entièrement transformé en phase α_S. Figures de corrosion.

G $\times$ 2 350

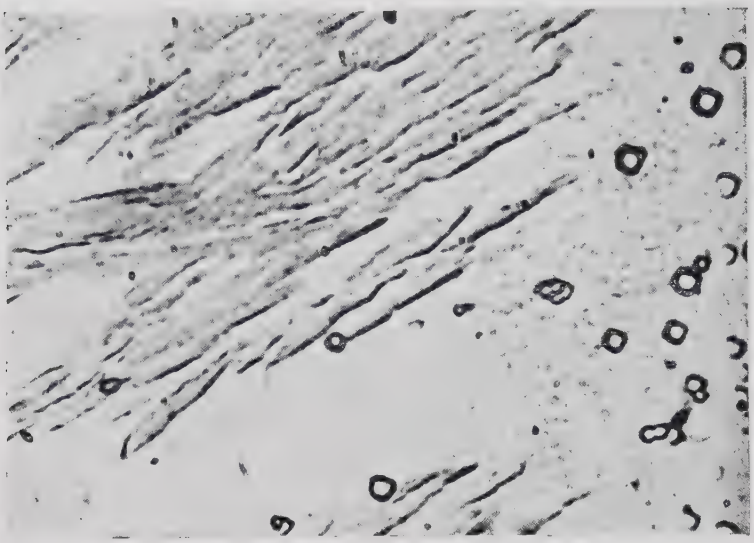


FIG. 54
Phase α_s.
G $\times$ 2 350

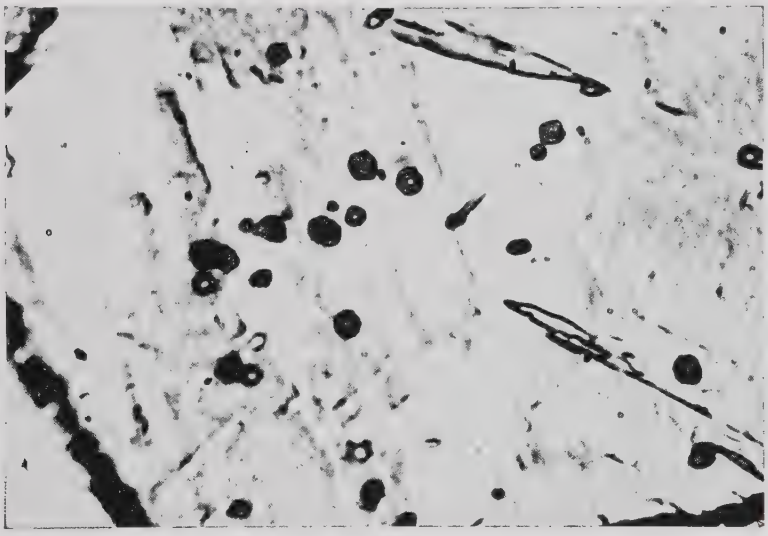


FIG. 55
Phase α_s.
G $\times$ 2 350

Nous l'avons appelée phase α superficielle (α_s) pour mettre en évidence son mode d'obtention. Les propriétés des deux phases α d'écrouissage et superficielle, sont identiques; en particulier elles sont toutes deux magnétiques (micrographies magnétiques).

L'explication du processus de formation de la phase α_s avait été déjà proposée par P. Bastien et G. Stora [27] : la dissolution de la surface doit modifier l'équilibre des contraintes superficielles; une énergie mécanique suffisante est ainsi libérée et provoque la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. Cette interprétation nous semble actuellement d'autant plus justifiée que, à la suite de nos essais, les analogies entre les phases α_e et α_s peuvent être poussées très loin. Il est possible d'obtenir par l'attaque oxalique des figures de corrosion triangulaires dans la phase α_s comme dans la phase α_e (fig. 53). Les bandes de phase α_s peuvent avoir dans un grain d'austénite jusqu'à trois directions qui forment souvent des triangles équilatéraux (fig. 54). Enfin l'examen des figures de corrosion obtenues dans la phase α_s et dans la phase γ d'un grain d'austénite non complètement transformé montre que les mêmes relations d'orientation existent entre ces deux phases et entre les phases γ et α_e (fig. 51 et 52 et fig. 38 B).

TROISIÈME PARTIE

Etude du revenu de la phase d'écrouissage

Pour compléter l'étude précédente, nous avons cherché à voir comment se produisait la transformation inverse $\alpha_e \rightarrow \gamma$, c'est-à-dire par quel processus pouvait se faire le retour à l'équilibre. L'austénite étant plus stable à température élevée, on peut penser que le traitement thermique convenable d'un échantillon écroui provoquera la transformation inverse.

Pour éclaircir la question, nous avons effectué une étude préliminaire du revenu de la phase α_e depuis l'ambiante jusqu'à 700° C (vitesse de chauffage 100° C/heure), d'une part par dilatométrie, d'autre part par frottement intérieur. Les deux courbes (fig. 56) présentent deux anomalies; l'une à 500° C, l'autre à 610° C. Ceci nous a conduit à étudier plus en détail ce qui se passe à l'une et l'autre température.

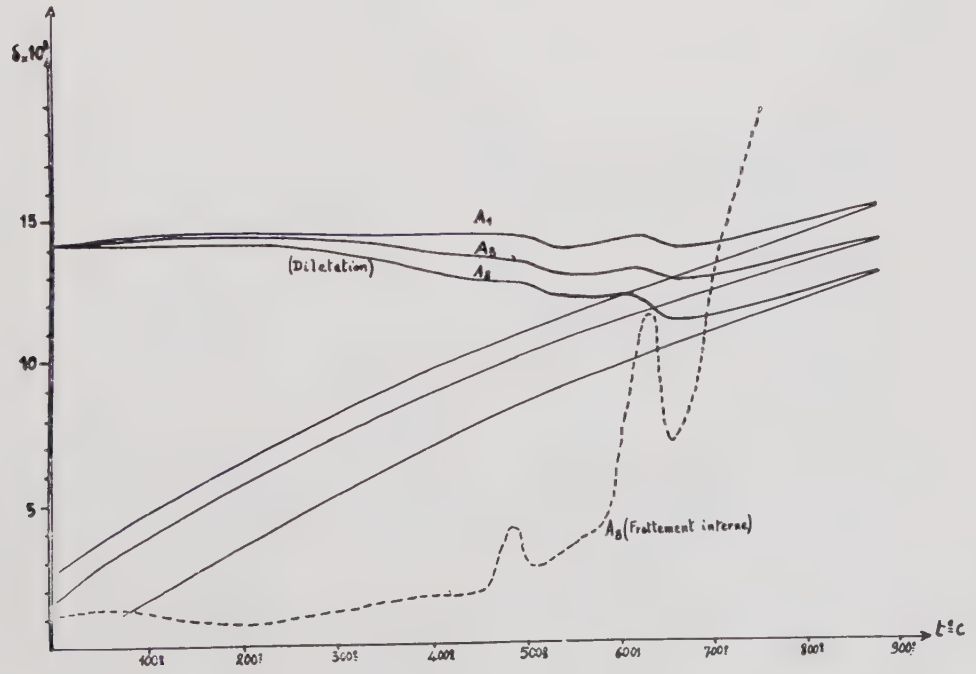


Fig. 56

Dilatation différentielle et frottement interne en fonction de la température.

CHAPITRE VII

Les deux étapes du revenu

A — Etude du revenu à 500 °C

I. — INFLUENCE DU REVENU A 500° C SUR LA QUANTITÉ DE PHASE α_e

Le dosage de la phase α_e par la méthode magnétique (échantillons étirés) montre qu'une partie de celle-ci a disparu. Les courbes de première aimentation ont donné les valeurs indiquées dans le tableau XVIII (après 20 heures de revenu). Il y a transformation d'une partie importante de phase α_e (en phase non magnétique). La figure 57 indique en fonction de la quantité de phase α_e initiale, la quantité de phase α_e résiduelle ainsi que le pourcentage de phase α_e revenue. Il faut noter que pour 100 % de phase α_e on aurait, après revenu, environ 40 % de phase α_e résiduelle.

II. — INFLUENCE SUR LA TEXTURE

L'étude des diagrammes de Debye-Scherrer donnés par des échantillons revenus montre que : les orientations préférentielles subsistent et qu'il n'y a pas recristallisation. Il n'y a pas de changement notable par rapport aux diagrammes obtenus sur les échantillons bruts d'écrouissage.

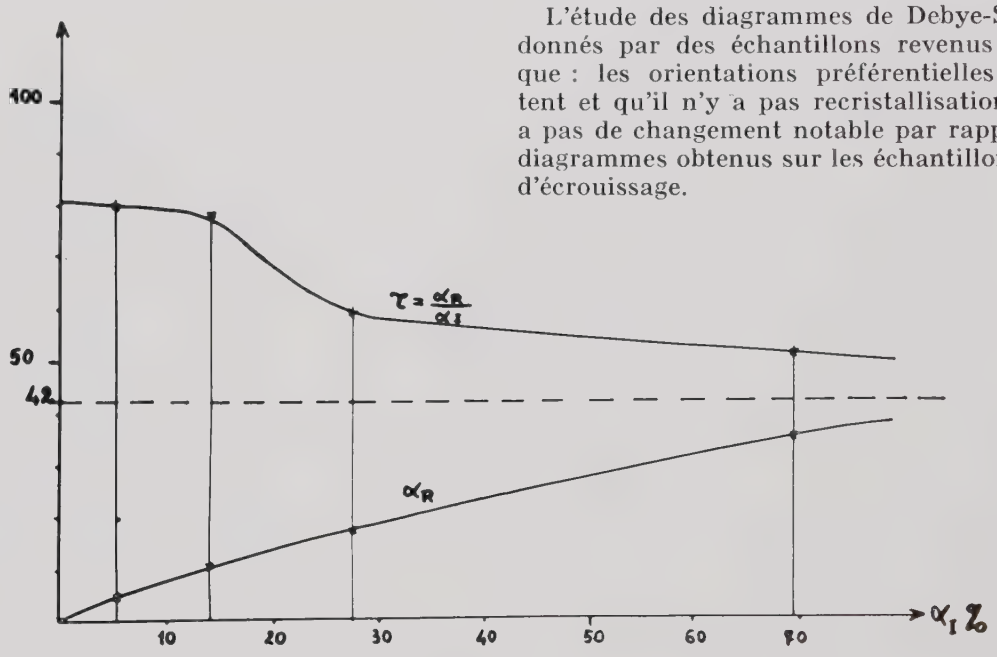


FIG. 57

Quantité de phase α après le revenu à 500 °C en fonction de la quantité de phase α initiale.

TABLEAU XVIII

Quantité de phase α après le revenu à 500 °C

	ECROUISSAGE E %	α_I % (initiale)	REVENU A 500 °C (20 heures)		
			I_S	α_R % (restante)	τ % = $\frac{\alpha_R}{\alpha_I}$
A_1	12	5,3	3,6	4,2	79,2
A_2	21	13,8	9,6	11	78,5
A_3	31	27,6	14,3	16,5	59
A_8	58	69	30,5	35	50,7

III. — EXAMEN MICROGRAPHIQUE

Les figures 58 et 59 représentent l'aspect des échantillons d'acier A comprimés et étirés, ayant subi un revenu de 20 heures à 500° C. On peut vérifier les points suivants :

— aucune recristallisation n'est visible;

— la phase α_e subsiste encore en quantité notable;

— l'aspect en lamelles de la phase α_e a disparu, quoique l'allure d'ensemble des zones de phase α_e reste la même;

— une ponctuation apparaît dans la phase α_e, due vraisemblablement à une précipitation de carbures.

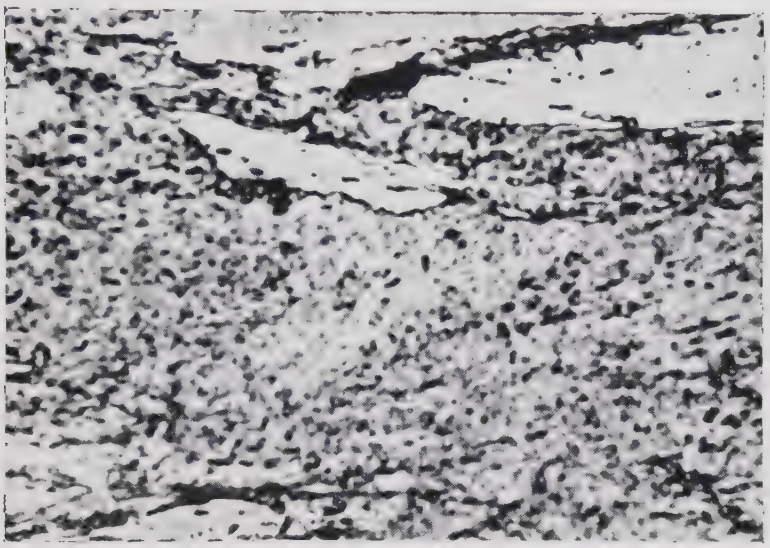


FIG. 58 G × 2 350

Revenu à 500 °C après compression. Précipités de carbures dans la phase α_e.

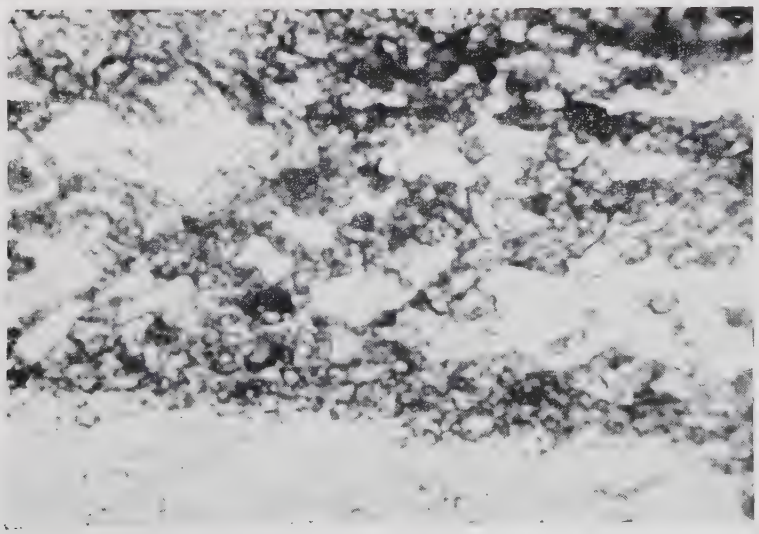
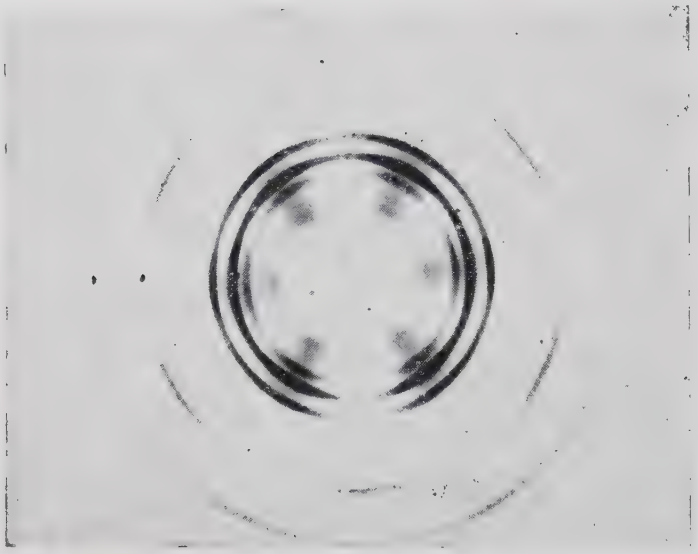


FIG. 59 G × 2 350

Revenu à 500 °C après étirage.



Rig. 60

Diagramme DS sur échantillon comprimé et revenu 4 h à 610 °C. Phase γ légère ponctuation.

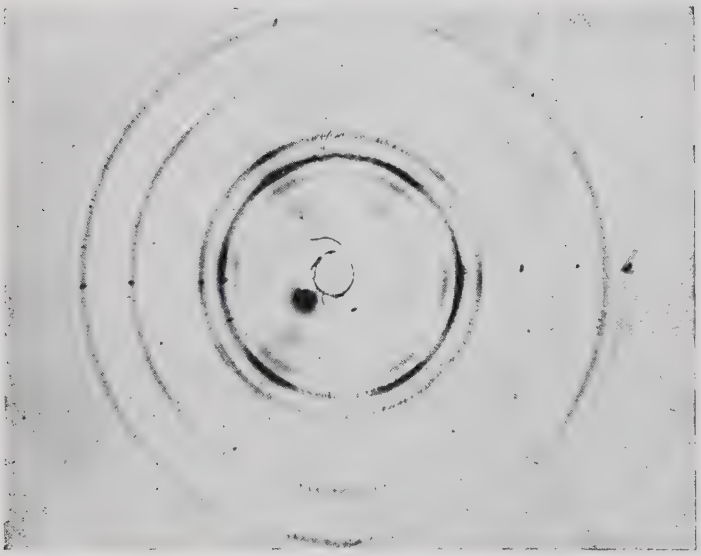


Fig. 61

Diagramme DS sur échantillon comprimé et revenu 20 h à 610 °C. Phase γ ponctuation très nette.

Tableau XIX

Chaleurs d'activation

Elément	Diffusant dans :	Q *k* calorie/mole	d'après
Fe	Acier 18-8	67,1	W. Seith [40] C. Leymonie [41]
Ni	Austénite	60,0	C. Wells et R. F. Mehl [42]
Cr	Fer pur	13,5	W. Seith [40]
Cr	Nickel	48 à 58	C. Leymonie [41]
C	Fer α	24,6	W. Seith [40]
C	Fer γ	32,4	C. Leymonie [41]

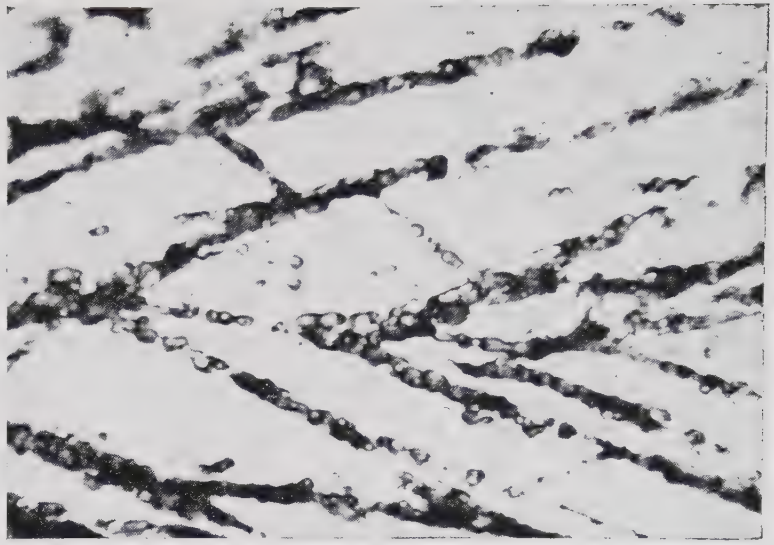


FIG. 63
Revenu à 650 °C après compression à chaud. Pas de recristallisation (48 h). G × 2 350

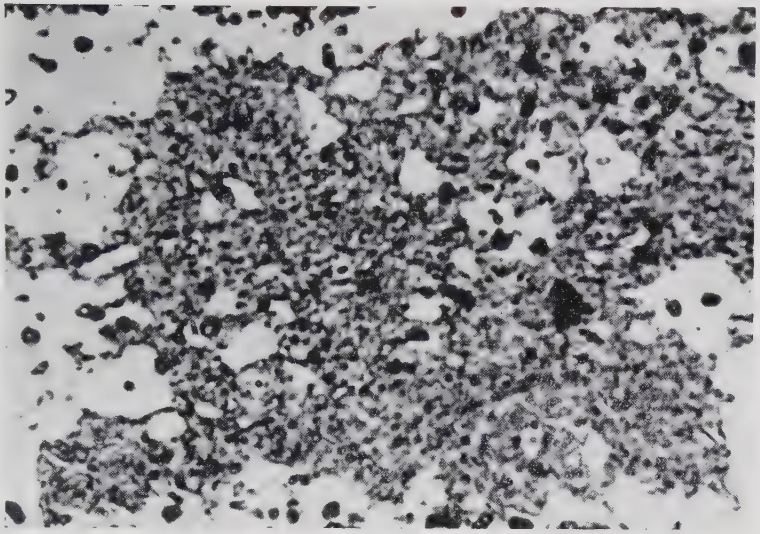


FIG. 62 G × 2 350
Croissance de germes γ dans la phase α_e revenue à 610 °C 20 h.

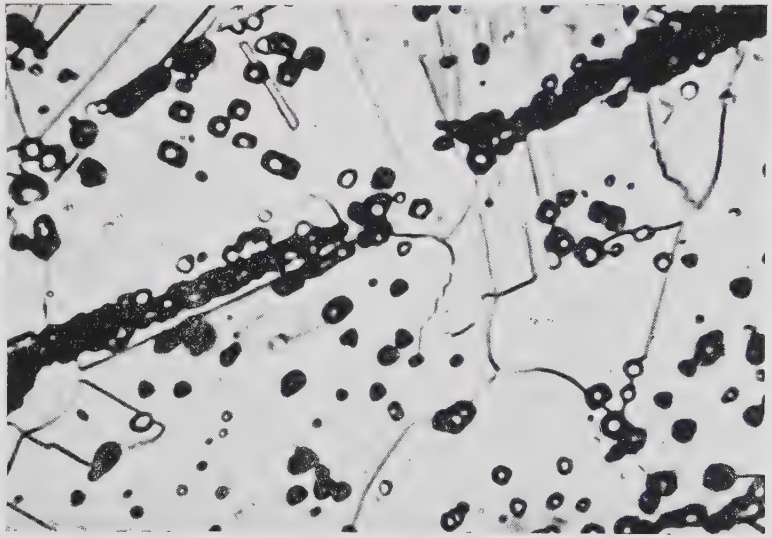


FIG. 64
Revenu à 700 °C après compression à chaud. Recristallisation. (48 h). G × 2 350

IV. — ÉTUDE DILATOMÉTRIQUE

Pour déterminer les conditions de la transformation de revenu, nous avons fait une étude en dilatométrie isotherme à différentes températures choisies entre 400 et 500° C. Ceci nous a permis de calculer la chaleur d'activation du phénomène, dont la valeur moyenne est : 53.000 cal./mole.

La transformation peut donc être attribuée à un phénomène de diffusion du nickel, du fer, ou du chrome (les chaleurs d'activation de la diffusion sont données dans le tableau XIX.

B — Etude du revenu à 610 °C et au-dessus

I. — ÉTUDE DE LA TEXTURE

Les diagrammes de Debye et Scherrer exécutés sur des échantillons écrouis (compression à 50 %) puis revenus à 610° C pendant 4 heures et 20 heures (fig. 60 et 61), montrent que la phase α_e disparaît complètement et que les anneaux de diffraction de la phase γ sont renforcés et ponctués, d'autant plus que le temps de revenus a été plus long. L'orientation préférentielle de l'austénite ne réapparaît pas. La transformation $\alpha_e \rightarrow \gamma$ par revenu produit une phase γ « désorientée » en admettant toutefois qu'il n'y ait pas recristallisation de l'austénite écrouie à 610° C (voir paragraphe suivant).

II. — EXAMENS MICROGRAPHIQUES

Il est possible d'observer au microscope des plages de phase α_e partiellement transformée en austénite (fig. 62). On peut voir sur cette figure une plage α déjà envahie par des grains γ en croissance; ces grains contiennent en général un précipité de carbure provoquant la naissance du germe.

La transformation se ferait donc par un processus de germination et croissance, d'où l'aspect ponctué des anneaux de diffraction.

D'autre part, la série de figures 63 et 64 montre que la recristallisation de la phase γ, écrouie à 300° C (donc sans qu'il y ait transformation en phase α_e) ne se produit qu'à 700° C.

III. — VARIATION DU MODULE D'ÉLASTICITÉ

Pour des éprouvettes brutes d'écrouissage, revenues à 500° C et à 610° C pendant 20 heures, la variation de module d'élasticité en fonction du taux d'écrouissage est donnée par la figure 65. Le module augmente avec la température de revenu et sur chacune des trois courbes la loi de variation change en fonction de l'écrouissage : dans la première partie (écrouissage faible) le module décroît avec l'écrouissage, mais la pente des courbes est de moins en moins forte en fonction de la température. Lorsque le revenu est exécuté à 610° C (il n'y a plus de phase α_e), la pente de la courbe est encore notable; nous avons vu en effet que l'austénite ne recristallise pas à cette température, il reste donc dans l'échan-

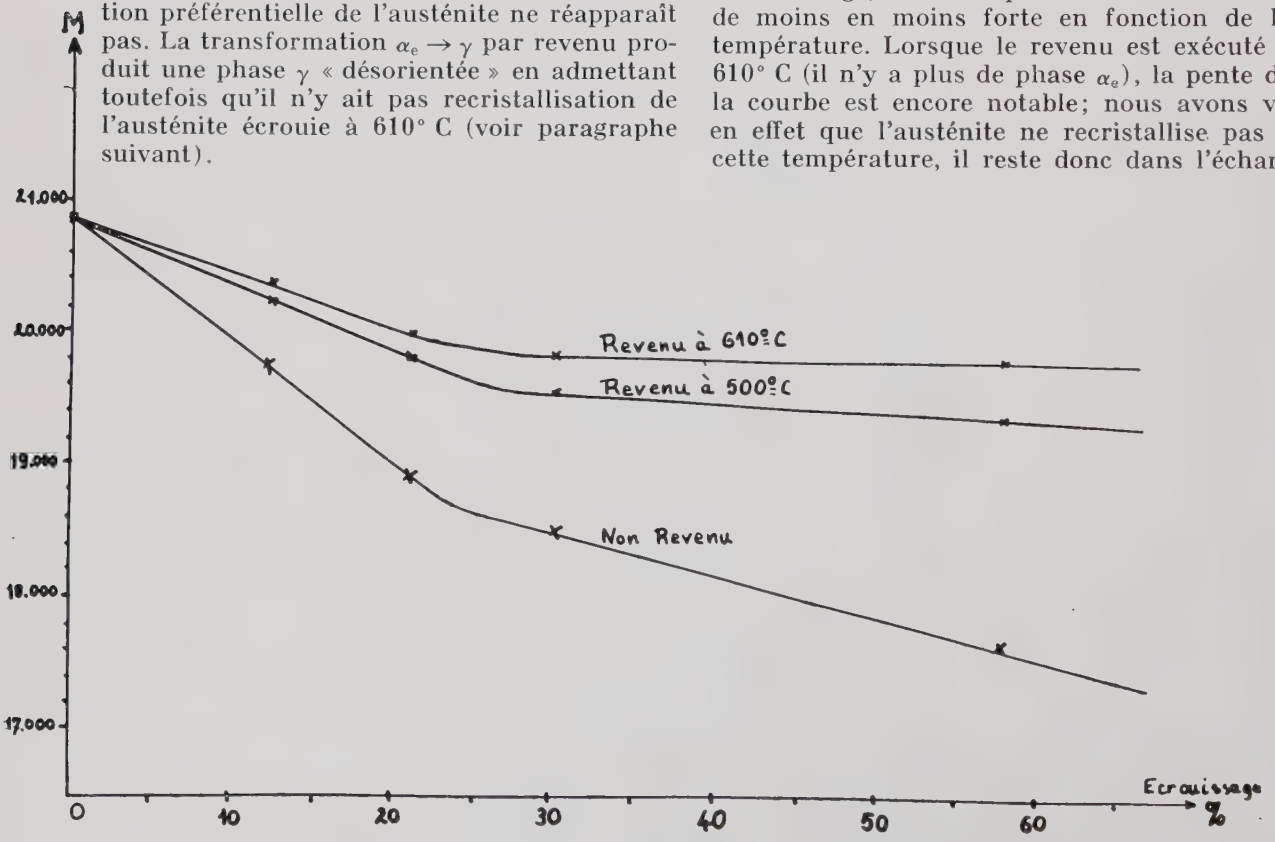


FIG. 65
Module d'élasticité pour des températures de revenu variées.

tillon de l'austénite écrouie, d'où la forme de la courbe.

Dans la deuxième partie (écrouissage fort), il existe une cassure des courbes, celles-ci tendent à devenir horizontales. En particulier pour le revenu à 610° C, la courbe est pratiquement horizontale.

IV. — ÉTUDE DILATOMÉTRIQUE

Entre 550° C et 700° C, nous avons effectué des séries de dilatations isothermes, les échantillons ayant été soumis au préalable à un revenu à 500° C pendant 20 heures de façon à terminer la première phase du revenu.

A 550° C, la réaction est lente, le temps de demi-réaction étant de 55 heures, alors qu'à 600° C ce temps est de 3/4 heure et de quelques minutes à 700° C. Ceci nous a permis de calculer la chaleur d'activation de la réaction : 60.000 calories.

Cette valeur, comme celle trouvée dans la première partie de ce chapitre, permet d'attribuer la transformation à la diffusion du nickel, fer ou chrome (tableau XIX).

QUATRIÈME PARTIE

Etude critique des résultats expérimentaux Théorie de la transformation

CHAPITRE VIII

Théorie de la transformation gamma → alpha par écrouissage

Les nombreuses études traitant de la transformation martensitique (obtenue par trempe) dans les aciers ont conduit les différents auteurs à formuler trois groupes de relations d'orientation. A Kurdjumov et Sachs [28] est due la première étude des relations de réseaux dans la transformation austénite-martensite des aciers au carbone. D'autres relations cristallographiques ont été trouvées dans les fer-nickel par Nishiyama [29] et dans les fer-nickel-carbone par Greninger et Troiano [30]. Les plans d'habitat ont été déterminés par ces divers auteurs et de nombreuses tentatives ont été faites pour formuler une théorie valable pour toutes les transformations de type martensitique et tenant compte des relations d'orientations trouvées ainsi que des plans d'habitat observés.

Deux types d'explication ont été donnés :

— des explications phénoménologiques dont l'analyse géométrique et purement descriptive se réfère à un modèle géométrique, en général celui de E.C. Bain. (Par exemple, les théories de Wechsler, Liebermann et Read, de Bowles et Mackenzie [31, 32]).

— des théories plus complètes faisant appel à la théorie des dislocations (par exemple B.A. Bilby [33], Frank [34] et Suzucki[35]).

Nous nous proposons dans ce chapitre de montrer qu'il existe une correspondance entre les réseaux de l'austénite et de la phase α_e, déduite des relations d'orientation trouvée expérimentalement. Cette correspondance se traduira par un modèle géométrique qui doit permettre d'expliquer tous nos résultats : nous proposerons un mécanisme de la transformation. Nous verrons ensuite si nous pouvons rattacher nos conclusions à l'une des théories proposées pour la martensite obtenue par trempe.

I. — RELATIONS D'ORIENTATION ET CORRESPONDANCE ENTRE LES RÉSEAUX DES PHASES γ ET α_e

Rappelons les relations d'orientation que nous avons obtenues :

CAS DE LA COMPRESSION :

— Axe de compression :

$$<110>\gamma \nearrow <111>\alpha_e$$
$$\searrow <100>\alpha_e$$

CAS DE L'ETIRAGE :

— Axe d'étirage :

$$\left.\begin{matrix}<111>\gamma \\ <100>\gamma\end{matrix}\right\} \rightarrow \left\{\begin{matrix}<210>\alpha_e \\ <110>\alpha_e \\ <100>\alpha_e\end{matrix}\right.$$

CAS DU LAMINAGE :

— Plan et direction de laminage :

$$\text{ou} \quad \left.\begin{matrix}(0\bar{1}1)\ \gamma\ \ [211]\ \gamma \\ (110)\ \gamma\ \ [1\bar{1}2]\ \gamma\end{matrix}\right\} \rightarrow \left\{\begin{matrix}(11\bar{1})\ \alpha_e\ \ [2\bar{1}1]\ \alpha_e \\ (100)\ \alpha_e\ \ [0\bar{1}1]\ \alpha_e\end{matrix}\right.$$

ou bien, ce qui revient au même,

— Plan (contenant l'axe de compression et la direction de laminage) et direction de compression :

$$(111)\ \gamma \text{ ou } \left.\begin{matrix}[01\bar{1}]\ \gamma \\ [110]\ \gamma\end{matrix}\right\} \rightarrow \left\{\begin{matrix}(110)\ \alpha_e\ \ [11\bar{1}]\ \alpha_e \\ (110)\ \alpha_e\ \ [100]\ \alpha_e\end{matrix}\right.$$

Notons que dans le cas de l'étirage on ne peut pas dire de laquelle des deux orientations de l'austénite découle l'une quelconque des trois orientations obtenues pour la phase α_e. Il nous faudra donc compléter et préciser cette relation. De plus les correspondances entre directions ou plans indiquées par les relations ci-dessus ne sont valables que dans la mesure où les distances interatomiques varient très peu lorsqu'on passe d'une phase à l'autre. Les

TABLEAU XX
Distances interatomiques

INDICES DES DIRECTIONS	DISTANCES DES ATOMES VOISINS	
	Phase γ	Phase α
[100]	3,595	2,882
[110]	2,542	4,075
[111]	6,226	2,495
[210]	8,038	6,444
[211]	4,403	7,050
[221]	10,78	8,646

valeurs des mailles déterminées (annexe I, chap. I) nous ont permis de calculer (tableau XX) les distances interatomiques dans les deux phases pour les directions les plus simples; on voit que les meilleures correspondances sont réalisées entre :

$<110>\gamma$ et $<111>\alpha_e$ (axe de compression normale au plan de laminage),

$<111>\gamma$ et $<210>\alpha_e$ (direction d'étirage)

Une concordance assez bonne, quoique à un degré moindre que les précédentes, est réalisée entre :

$<110>\gamma$ et $<100>\alpha_e$ (axe de compression normale au plan de laminage),

$<100>\gamma$ et $\left\{\begin{matrix}<110>\alpha_e \\ <100>\alpha_e\end{matrix}\right.$ (direction d'étirage)

De toute manière, même dans ces deux derniers cas, c'est *toujours la meilleure correspondance possible* que l'on observe pratiquement.

Pour les plans atomiques (plan normal au plan de laminage et contenant la direction de laminage), la meilleure correspondance est de beaucoup celle entre les plans $(111)\ \gamma$ et $(110)\ \alpha_e$; on a trouvé en effet :

$$d_{(111)\gamma} = 2{,}075\ \text{Å}$$
$$d_{(110)\alpha_e} = 2{,}037\ \text{Å}$$

Tout ceci coïncide bien avec nos résultats et de plus en ce qui concerne l'étirage, nous pouvons déjà dire que l'orientation $<210>\alpha_e$ provient certainement de $<111>\gamma$ alors que les deux autres $<110>\alpha_e$ et $<100>\alpha_e$ ne peuvent provenir que de $<100>\gamma$.

II. — UTILISATION DU MODÈLE DE BAIN
(Figure 66.)

La correspondance entre les réseaux γ et α_e suggère l'idée d'un modèle géométrique permettant d'expliquer complètement les relations d'orientations trouvées. Celui qui convient le mieux est le modèle de Bain [36].

On peut vérifier géométriquement que les correspondances entre les plans et les directions sont bien obtenues.

a) Cas de la compression

Les directions de type $<110>\gamma$, au nombre de six, donnent quatre directions de type $<111>\alpha_e$ et deux directions $<100>\alpha_e$. Ceci conduit, pour la répartition théorique des deux textures de la phase α_e à : 67 % pour $<111>\alpha_e$ et 33 % pour $<100>\alpha_e$. En réalité, nous avions déterminé les répartitions suivantes des textures de la phase α_e : pour $<111>\alpha_e$ 70 %, et pour $<100>\alpha_e$ 30 %. Ainsi les relations trouvées dans nos essais sont vérifiées *sans rien y ajouter* et les intensités des textures obtenues peuvent être prévues à l'aide de la transformation de Bain.

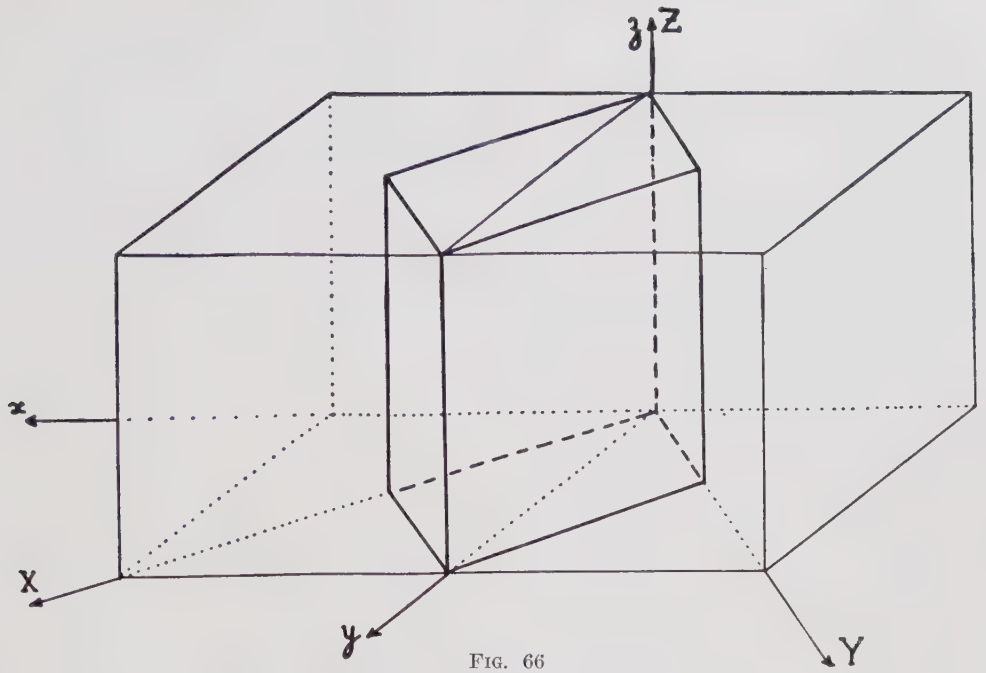


FIG. 66
Modèle de Bain.

b) Cas de l'étirage

Si nous recherchons les directions de la phase α_e correspondant aux 4 directions $<111>\gamma$ possibles, nous trouvons 4 directions de type $<210>\alpha_e$. D'autre part, les trois directions $<100>\gamma$ donnent : deux fois des directions de type $<110>\alpha_e$ et une fois des directions de type $<100>\alpha_e$. Ceci conduit pour la répartition théorique des trois textures de la phase α_e à : 57 % pour $<210>\alpha_e$, 28 % pour $<110>\alpha_e$ et 14 % pour $<100>\alpha_e$; expérimentalement nous avons trouvé 58 %, 26 % et 16 %.

Ainsi nous retrouvons encore pour ce type de déformation, les directions préférentielles détectées expérimentalement pour la phase α_e sans en ajouter d'autres. Mais l'utilisation du modèle de Bain permet en outre de dire de *quelle direction de la phase γ provient l'une quelconque des trois textures de la phase α_e; ceci se traduit par la relation :*

$$<111>\gamma \rightarrow <210>\alpha_e$$

$$<100>\gamma \nearrow <110>\alpha_e \quad \searrow <100>\alpha_e$$

c) Cas des tôles laminées

La correspondance de Bain se retrouve encore entre les deux phases; il faut considérer non pas le plan de laminage et la direction de laminage, mais *la direction de compression* et *le plan contenant la direction de la compression et la direction de laminage* (direction d'écoulement). On vérifie alors que la correspondance entre les plans est biunivoque et que :

$$(\bar{1}11)\,\gamma \rightarrow (110)\,\alpha_e$$

Pour les directions de compression, on trouve :

$$\text{ou} \quad \begin{matrix} [01\bar{1}]\,\gamma \nearrow [11\bar{1}]\,\alpha_e \\ [110]\,\gamma \searrow [100]\,\alpha_e \end{matrix}$$

Ce sont les deux orientations trouvées expérimentalement et seulement celles-là. Enfin la répartition théorique des cristaux α_e ayant l'une ou l'autre des deux orientations possibles est : 67 % pour $(110)\,\alpha_e\ [11\bar{1}]\,\alpha_e$, 33 % pour $(110)\,\alpha_e\ [100]\,\alpha_e$, ce qui est en accord avec les intensités relevées sur les figures de pôles.

III. — MÉCANISME DE LA TRANSFORMATION

Les relations de réseau obtenues et l'application de la correspondance de Bain nous permettent de proposer un mécanisme de la transformation. Ce mécanisme doit expliquer tous nos résultats. Il nous paraît plus simple pour l'exposer de commencer par le cas des tôles laminées; nous montrerons ensuite que les autres cas s'y ramènent d'une manière simple.

a) Cas des tôles

Le plan contenant l'axe de compression et la direction d'écoulement est un plan $(\bar{1}11)\ \gamma$ et $(110)\ \alpha_e$. Partant de ce parallélisme, on peut reconstituer le cube à faces centrées γ par des empilements successifs de plans $(\bar{1}11)\ \gamma$ et le cube à corps centré α_e par des empilements successifs de plans $(110)\ \alpha_e$. Ces deux séries d'empilements ne sont pas disposées de la même façon : pour passer de l'un à l'autre, c'est-à-dire pour passer du réseau γ au réseau α_e, il suffit de faire un cisaillement dans une direction de type $<112>\ \gamma$, le plan de cisaillement étant parallèle à $(111)\ \gamma$ et l'amplitude du cisaillement $\alpha_\gamma \sqrt{\frac{3}{2}}$ (α_γ paramètre du cube γ).

perpendiculaire. Sur la figure 47, les atomes γ du plan du dessin sont représentés par des triangles noirs et ceux du réseau α_e par des cercles noirs. Les triangles blancs et les cercles blancs représentent respectivement le plan $(\bar{1}11)\ \gamma$ et le plan $(110)\ \alpha_e$ situés immédiatement au-dessus du précédent. Le cisaillement est figuré par des flèches pleines et la transformation complémentaire (contraction et dilatation) par des flèches en tirets. (Voir aussi la figure 67.)

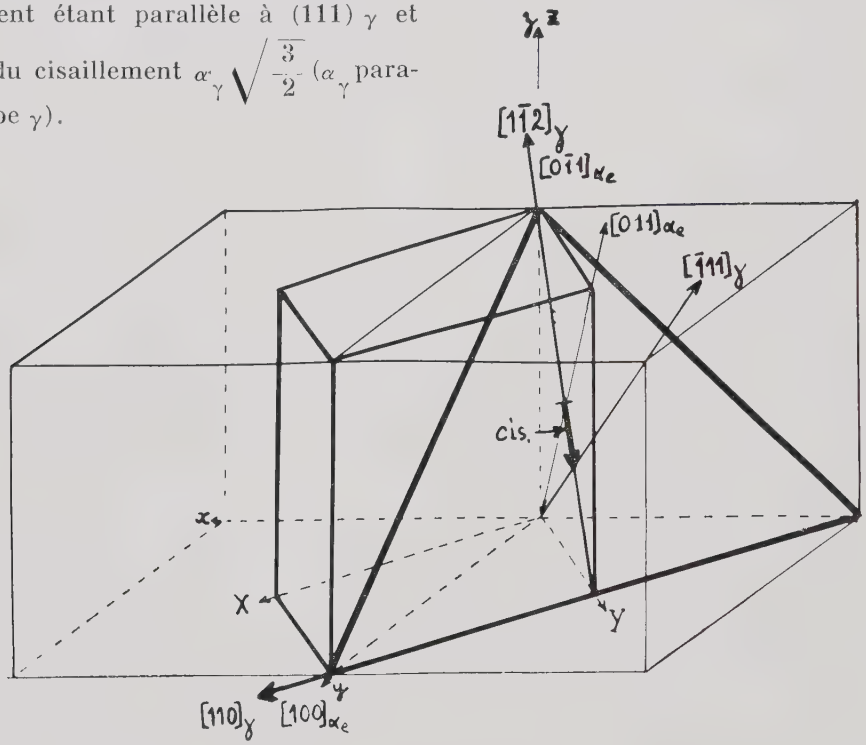


FIG. 67
Tôles laminées. Mécanisme de la transformation $(\bar{1}11)\gamma // (011)\alpha_e$ $[110]\gamma // [100]\alpha_e$

Il y a trois directions de type $<112>\ \gamma$ dans le plan $(\bar{1}11)\ \gamma$. L'une est parallèle à l'axe de laminage pour l'austénite, les deux autres étant placées symétriquement par rapport à cet axe.

Un cisaillement parallèle à la direction de laminage (première direction) transforme le réseau γ en réseau α orienté de sorte que la direction de laminage soit $[0\bar{1}1]\ \alpha_e$. Il reste pour achever la transformation à faire une légère contraction dans la direction du laminage et une faible dilatation dans la direction

Si l'on considère l'une quelconque des deux autres directions de cisaillement de type $<112>\ \gamma$, le réseau α_e obtenu a une direction $[21\bar{1}]\ \alpha_e$ dans la direction du laminage (fig. 48). La transformation n'est d'ailleurs parfaite que si l'on ajoute la transformation complémentaire (flèche en tirets) ; celle-ci peut se décomposer en une dilatation dans la direction du laminage, une compression dans la direction perpendiculaire et un cisaillement parallèle à une direction $[110]\ \gamma$. Les symboles de la figure 48 ont une signification semblable à ceux de la figure 47. (Voir aussi la figure 68.)

Quelques remarques s'imposent :

1. — Le mécanisme permettant d'obtenir les deux textures α_e est le même et il n'y a pas de contradiction entre les relations trouvées déjà par Kurdjumov et Sachs d'une part et Nishiyama et d'autre part.

2. — Les deux orientations se distinguent par le fait que si le cisaillement (de type $<112>\gamma$) produisant la transformation est parallèle à l'axe de laminage, on obtient l'une des relations (celle de Nishiyama) et que dans le cas contraire c'est la relation de Kurdjumov et Sachs qui intervient.

c) Cas de l'étirage

Dans ce cas, c'est au contraire le plan d'écoulement qui n'est plus défini, l'axe d'écoulement étant confondu avec l'axe d'étirage qui est de révolution. Il faut donc admettre, pour obtenir la texture $<111>\gamma$ par exemple, qu'interviennent en jouant le même rôle les trois directions de glissement $<110>\gamma$ non contenues dans le plan (111) γ, mais disposées tout de même symétriquement autour de l'axe ternaire du cube.

D'ailleurs, il est commode de considérer la déformation d'étirage ou de tréfilage comme

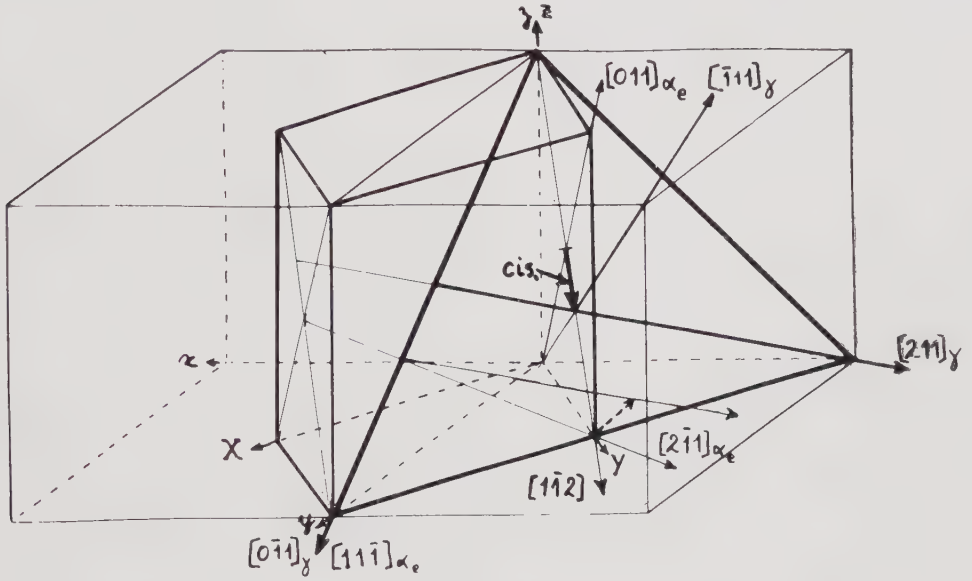


FIG. 68

Tôles laminées. Mécanisme de la transformation $(\bar{1}11)\gamma // (011)\alpha_e$ $[0\bar{1}1]\gamma // [11\bar{1}]\alpha_e$.

3. — Il y a deux possibilités de cisaillement donnant la direction $[2\bar{1}1]\alpha_e$, contre une seule, pour la direction $[0\bar{1}1]\alpha_e$, ce qui donne encore la même répartition des cristaux entre les deux textures que celle que nous avons déjà trouvée (voir paragraphe précédent).

b) Cas de la compression

C'est le même mécanisme que pour les tôles, à cette différence près que l'écoulement du métal se fait dans toutes les directions; la direction d'écoulement n'est plus définie mais il existe un plan d'écoulement comme dans le cas du laminage. Les explications données plus haut sont applicables et conduisent aux textures $<111>\alpha_e$ et $<100>\alpha_e$, ce qui coïncide avec nos résultats.

la résultante de compressions perpendiculaires à l'axe d'étirage dans des azimuts variés; c'est pratiquement le cas de la préparation des « soies » réalisée par les tréfileurs avec une machine à rétreindre, afin de faciliter l'entrée de l'extrémité des fils dans les filières. Nous avons vérifié sur une de ces soies que *les orientations étaient les mêmes que celles du métal étiré ou tréfilé.* On devrait donc pouvoir ramener le problème de l'étirage ou du tréfilage à un problème de « compression cylindrique », c'est ce que nous nous proposons de montrer maintenant.

L'austénite qui a subi la compression cylindrique tend à s'orienter de telle sorte que le plus grand nombre possible de directions $<110>\gamma$ soient perpendiculaires à l'axe. Or le plan qui contient le plus grand nombre de directions de ce type est de la famille $\{111\}\gamma$,

il contient trois directions $<110>\gamma$. La perpendiculaire à ce plan, qui est confondue avec l'axe d'étirage, est de type $<111>\gamma$: *nous retrouvons ainsi la texture d'étirage forte de l'austénite.* Cela est représenté sur la figure 69 où l'on voit de plus que la direction d'étirage $<111>\gamma$ est confondue avec la direction $<210>\alpha_e$ de la phase α d'écrouissage. Nous retrouvons ainsi la première relation d'orientation en étirage.

Si nous supposons maintenant que le plan, qui se place perpendiculairement à l'axe, ne contient que deux directions $<110>\gamma$, c'est alors un plan de la famille $\{100\}\gamma$ et nous retrouvons *la texture mineure* $<100>\gamma$, ce

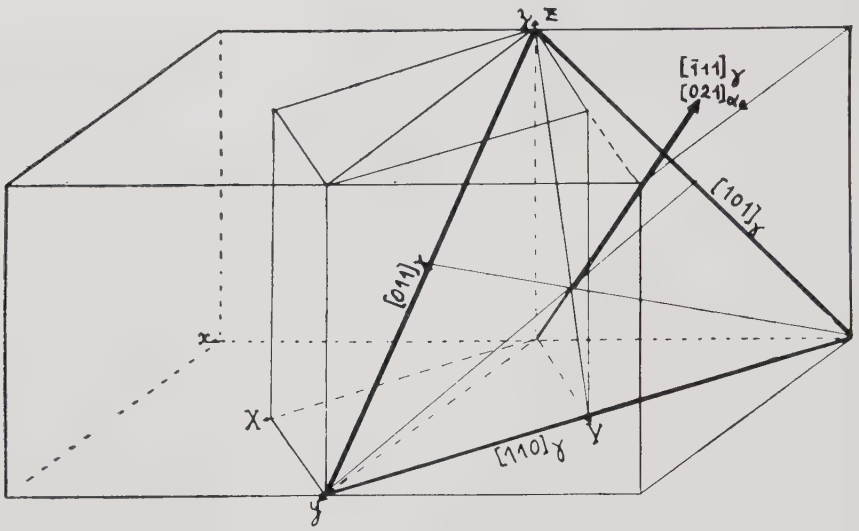


FIG. 69
Etirage. Relation : $<111>\gamma \rightarrow <210>\alpha_e$

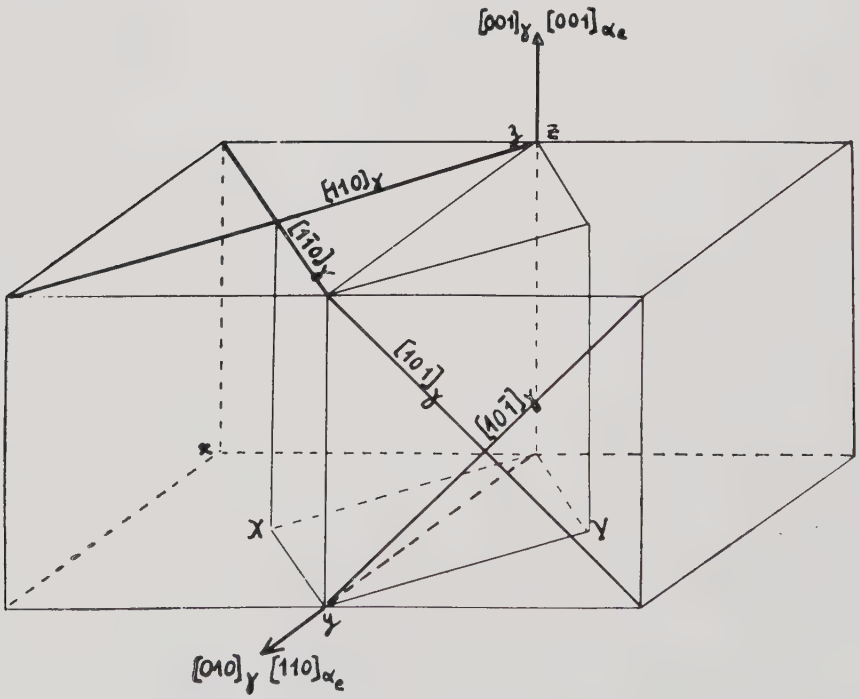


FIG. 70
Etirage. Relation $<100>\gamma \nearrow <110>\alpha_e$; $\searrow <100>\alpha_e$

cas correspond à une position moins stable du point de vue énergétique. L'application de la correspondance de Bain (fig. 70) montre que deux cas sont possibles : le premier fait correspondre à la texture $<100>\gamma$, la texture $<110>\alpha_e$ et il y a deux façons de l'obtenir; le second fait correspondre à la texture $<100>\gamma$, la texture $<100>\alpha_e$ et il n'y a qu'une façon de l'obtenir. Nous retrouvons ici qualitativement et quantitativement la deuxième et la troisième relation d'orientation.

Puisque la déformation par étirage peut se ramener à une déformation de compression par la « compression cylindrique », le mécanisme que nous avons donné dans le cas des tôles est encore applicable ici.

IV. — THÉORIE DE LA TRANSFORMATION (Interprétation par la théorie des dislocations)

Les changements de pentes constatés dans les courbes (fig. 41) de la variation du module d'élasticité et du frottement intérieur en fonction de l'écrouissage peuvent s'expliquer ainsi :

Au début, le seul phénomène est la déformation de l'austénite; puis la phase α_e apparaît dans les bandes d'austénite déformée (nous l'avons montré par l'étude micrographique). Cette apparition se fait préférentiellement dans les grains d'austénite qui, par suite de leur orientation vis-à-vis de l'axe de l'effort, se sont déformés le plus fortement. Après le changement de pente visible sur la courbe du module, ou le maximum du frottement intérieur, le phénomène « transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$ » subsiste seul : les grains d'austénite sont tous déformés au maximum de leurs possibilités.

En résumé, la première partie de la courbe correspond à une déformation de l'austénite allant jusqu'au *blocage progressif et complet des systèmes de glissement* dans tous les grains, la seconde partie au passage de la phase γ déformée à la phase α_e.

Considérons un système de glissement : $[110]$, $(\bar{1}11)$ par exemple, la dislocation de vecteur de Bürgers $\frac{a}{2}[110]$ peut se décomposer dans son plan de glissement $(\bar{1}11)$, en deux dislocations imparfaites de Schockley [37] par exemple de la manière suivante :

$$\frac{a}{2}[110] = \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[12\bar{1}]$$

L'énergie d'une dislocation étant proportionnelle au carré du vecteur de Bürgers, cette décomposition correspond à une diminution d'énergie; elle est donc facile : les deux dislocations imparfaites ainsi formées se laissent moins facilement traverser par un glissement sécant et on aboutit rapidement à un blocage

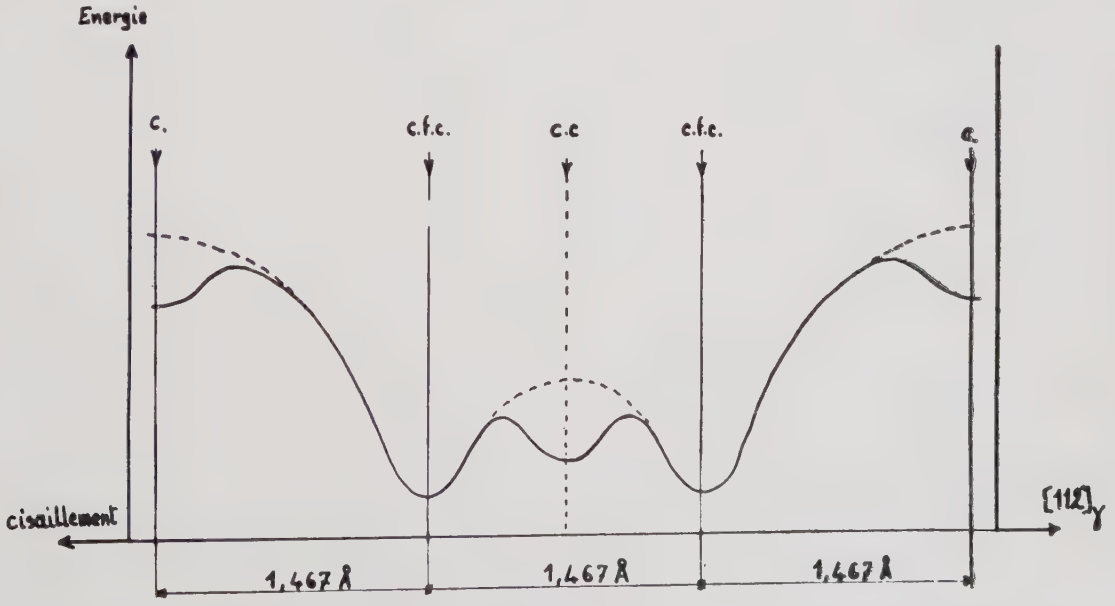


FIG. 71

Passage du réseau cubique à faces centrées au réseau cubique centré. Positions énergétiquement stables. (D'après Zener [39].)

des glissements; c'est le premier stade de la transformation, il entraîne une augmentation du frottement intérieur dans l'austénite déformée.

L'effort appliqué continuant à croître, on devrait arriver à une décohésion de la matrice, à moins qu'il n'apparaisse, comme c'est le cas ici, une autre phase amenant une diminution du frottement intérieur, et facilitant la déformation ultérieure par l'apport de nouvelles possibilités de glissement. Ce passage du réseau γ au réseau α_e se fait, nous l'avons montré plus haut, par un cisaillement suivant une direction telle que $[211]\,\gamma$, c'est-à-dire suivant le processus de glissement d'une dislocation imparfaite de Schokley, mais l'amplitude du déplacement est *la moitié* de celle qui correspondrait à un cisaillement sans transformation de l'austénite. Cette position intermédiaire correspond à une position stable (fig. 71).

Si une énergie thermique s'ajoute à l'énergie mécanique de déformation (cas d'une déformation réalisée à une température supérieure à l'ambiante), la transformation n'apparaît pas; en effet cette énergie supplémentaire aide à surmonter les blocages des systèmes de glissements; l'énergie libre de la phase α_e croît avec la température plus vite que celle de l'austénite déformée.

Les considérations précédentes conduisent au mécanisme suivant : l'accumulation des dislocations imparfaites produit des *surfaces de défauts* constituant un interface de basse énergie entre la phase γ déformée au maximum et la phase α_e qui va apparaître. Cet interface ne peut se déplacer que s'il affecte la forme *en gradins,* la phase α_e est ainsi engendrée par le déplacement de cet interface, accumulation de défauts, appelée « dislocation-transformation », notion introduite déjà par H. Suzuki [38] dans le cas de la martensite obtenue par voie thermique.

Notons enfin que les courbes de frottement intérieur permettent de calculer *l'énergie d'activation de la transformation;* lorsque le phénomène, transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$, devient prépondérant, on peut admettre que la variation de l'énergie élastique, pour la fréquence de résonance, est fonction seulement du pourcentage de phase α_e contenue dans l'éprouvette. On a alors :

$$\mathrm{tg}\delta = \frac{1}{2\pi}\,\frac{\Delta E}{E}$$

par définition du frottement intérieur

$$\text{avec} \qquad \frac{\Delta E}{E} = K e^{-\frac{Q}{RT}}$$

K étant une constante et Q la chaleur d'activation de la transformation.

Pour une variation $d\alpha$ de la quantité de phase α_e on a :

$$\frac{d\ (\mathrm{tg}\delta)}{\mathrm{tg}\delta} = -\frac{1}{2\pi}\,\frac{Q}{RT}\,d\alpha$$

Nous avons constaté que tgδ varie de $1{,}9\ 10^{-3}$ à $1{,}4\ 10^{-3}$ lorsque α varie de 28 % à 68 %, les essais étant faits à 300° K, d'où :

$$Q = \frac{2 \times 3{,}14 \times 2 \times 300}{0{,}4} \times \frac{0{,}5 \times 10^{-3}}{1{,}65 \times 10^{-3}}$$

soit :

$$Q = 2.850 \text{ calories/mole.}$$

Cette valeur est faible, mais elle est vraisemblable, car la barrière de potentiel qui s'oppose au passage d'un atome du réseau cubique à faces centrées au réseau cubique centré, par cisaillement est certainement inférieure à $R \times T_f$ [39], T_f étant la température de fusion, ce qui correspond à 3.600 calories/mole.

La valeur $Q = 2.850$ calories/mole est très inférieure aux chaleurs de diffusion généralement admises, ce qui est en accord avec le fait que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$ a lieu sans diffusion.

V. — OBSERVATIONS COMPLÉMENTAIRES CONFIRMANT CETTE THÉORIE

En plus de tous les résultats déjà indiqués, notons que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha_e$ doit faire apparaître la phase α_e dans les bandes de glissement de l'austénite, ce que nous avons vérifié (fig. 19, fig. 20, fig. 25).

D'autre part, les surfaces de défauts, interfaces de basse énergie, affectent certainement la forme en gradins, ce que l'on peut vérifier sur toutes les micrographies et particulièrement sur la figure 20, où la limite entre les deux phases est une lignes épaisse et *brisée.*

CHAPITRE IX

Théorie du revenu alpha$_e$ ⟶ gamma

I. — DIFFÉRENCES AVEC LA TRANSFORMATION DIRECTE

— C'est une transformation dans laquelle la température joue un rôle très important puisqu'il existe deux stades dans le retour à l'état austénitique, l'un situé vers 500° C, l'autre vers 600° C, ces deux étapes étant nettement différenciées.

— Tout se passe comme s'il se produisait un retour à l'équilibre par paliers successifs

— La différence essentielle réside dans l'absence de relation cristallographique.

— Il ne s'agit pas ici d'une transformation sans diffusion, puisqu'elle s'accompagne de précipitation de carbures et qu'elle semble due à la diffusion du nickel, du fer ou du chrome.

II. — INTERPRÉTATION DES DEUX ÉTAPES DU REVENU A L'AIDE DES DIAGRAMMES

a) En considérant un diagramme isochrome (Cr 18 %) (fig. 72) on voit que, à 500° C, il devrait exister 38 % de phase α_e et 62 % d'austénite. Or nous avons vérifié (Chap. VII) que pour une quantité de phase α_e initiale tendant vers 100 %, la quantité de phase α_e résiduelle après revenu à 500° C, tend vers 40 %. On peut donc dire que le revenu de la phase α_e provoque « *un retour à l'équilibre* ». Nous pouvons alors proposer le mécanisme suivant : il se produit des précipités de carbures (carbures de chrome), appauvrissant localement la phase α_e en éléments alphagènes, celle-ci subsistant, il y a donc eu diffusion d'un élément gammagène pour rétablir l'équilibre. Ainsi nous voyons qu'un retour à l'équilibre est possible et que la composition sera la suivante :

38 % de phase α_e à 5 % de nickel;

62 % d'austénite à 11,5 % de nickel.

b) L'utilisation du diagramme d'état et les considérations précédentes rendent aisée l'explication de la seconde étape du revenu.

D'une part, on constate que pour 9 % de nickel, le passage du domaine $\alpha_e + \gamma$ au domaine γ *a lieu à* 600° *C;* c'est la température que nous avons également trouvée.

D'autre part les deux phases α_e et γ de compositions en nickel différentes vont réagir l'une sur l'autre suivant le schéma :

α_e à 5 % Ni + γ à 11,5 % Ni $\rightarrow$ γ à 9 % Ni

Là encore il s'agit d'un phénomène de diffusion du nickel se faisant d'ailleurs dans le sens contraire du précédent. Il semble bien, d'après les examens micrographiques, que ce sont encore les carbures précipités qui se trouvent à l'origine de la transformation et provoquent la germination de l'austénite (Chap. VII, § B2).

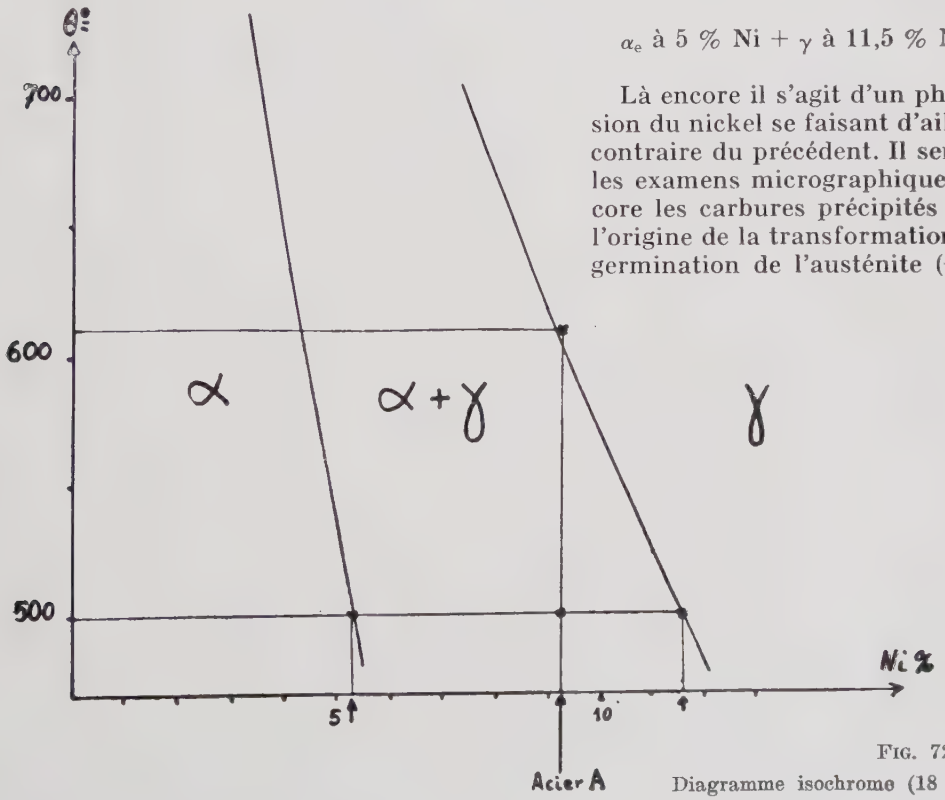


FIG. 72
Diagramme isochrome (18 %), d'après Bain[43].

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1 E. C. Bain : *Trans. A.I.M.E., 70* (1924), p. 25. *Trans. A.S.T.M., 9* (1926), p. 752.

2. K. Mathieu : *Arch. Eisenhüttenwesen, 6* (1942).

3. P. Bastien et J. Dedieu : *C. R., 231* (1950), p. 862; *233* (1951), p. 49.

4. J. Dedieu : Thèse, Faculté des Sciences de Paris (1952).

5. Voir par exemple :
R. Mehl, C. Barrett et D. Smith : *Trans. A.I.M.E. 105* (1933), p. 215.
G. Kurdjumow et G. Sachs : *Zeitsch. Phys., 64* (1930), p. 325.
Z. Nishiyama : Sc. Repts Tohoku Imp. Univ., *23* (1934), p. 637.
A. B. Greninger et A. R. Troiano : *Trans. A.I.M.E., 145* (1941), p. 291.

6. Voir par exemple :
J. S. Bowles et J. K. Mackensie : *Act. Mét., 2* (1954), p. 129, 138 et 224.
B. A. Bilby et J. W. Christian : Symp. Mec. Phase Transf in Metals, *Inst. of Metals,* n° 18 (1956).

7. H. Neerfeld et K. Mathieu : *Arch. Eisenhüttenwesen, 20* (1949), p. 68.

8. B. Cina : *J. Iron and Steel Inst., 177* (1954), p. 406.

9. K. W. Andrews : *J. Iron and Steel Inst., 184* (1956), p. 274.

10. A. Guinier : Théorie et Technique de la Radiocristallographie, annexe IV, p. 704, 2e édition. Dunod, Paris (1956).

11. Smithells.

12. A. Guinier et J. Tennevin : *Rev. Métal., 45* (1948), p. 277.

13. O. Kratky : *Z. Krist., 72* (1930), p. 529.

14. A. Guinier : Théorie et Technique de la Radiocristallographie, p. 135 et p. 234-237, 2e édition. Dunod, Paris (1956).

15. P. A. Jacquet : *Rev. Métal., 46* (1949), p. 214.

16. H. S. Avery, V. O. Homerberg, Earnshaw Cook : *Metals and alloys, 10* (1939), p. 353.

17. A. Sulmont : Thèse, Faculté des Sciences de Paris (1957), p. 30-35.

18. P. Weiss et R. Forrer : *Ann. de Phys.* S. 10, *12* (1929), p. 279.

19. A. Sulmont, J. Dedieu et P. Bastien : *Rev. Métal., 54* (1957), p. 897.

20. P. Bastien et J. Dedieu : *J. Iron and Steel Inst., 183* (1956), p. 254-259.
— J. Dedieu : Thèse, Faculté des Sciences de Paris (1952).

21. A. Sulmont : Thèse, Faculté des Sciences de Paris (1957).

22. J. Dedieu : Thèse, Faculté des Sciences de Paris (1952), p. 43. Voir aussi référence 3 citée.

23. C. S. Barett, G. Ansel et R. F. Mehl : *Trans. A.I.M.E., 125* (1937), p. 516.

24. G. Kurdjumow et G Sachs : *Z. Physik, 64* (1930), p. 325. *Mitt. dent. Materiaelprüfungsanstalt, 13* (1930), p. 151.

25. Z. Nishiyama : Sc. Repts Tohoku Imp. Univ., *23* (1934), p. 637.

26. Principalement :
P. Bastien et J. Dedieu : Référence 20 citée.
H. Neerfeld et K. Mathieu : Référence 7 citée.

27. P. Bastien et G. Stora : *C. R., 244* (1957), p. 2613.

28. G. Kurdjumow et G. Sachs : Référence 24 citée.
G. Sachs : *Z. Metallkunde, 24* (1932), p. 241.

29. Z. Nishiyama : Référence 25 citée.

30. A. B. Greninger et A. R. Troiano : *Trans. A.I.M.E., 185* (1949), p. 590-598.

31. M. S. Wechsler, D. S. Lieberman et T. A. Read : *Trans. A.I.M.E., 197* (1953), p. 1503.

32. J. S. Bowles et J. K. Mackenzie : *Acta Met., 2* (1954), p. 224.

33. B. A. Bilby et J. W. Christian : The Mecanism of Phase Transformations in Metals, Inst. of Metals, Londres (1956), p. 165-169. *J. Iron and Steel Inst., 197* (1961), p. 122.

34. F. C. Frank : *Acta Met., 1* (1953), p. 15.
B. A. Bilby et F. C. Frank : *Acta Met., 4* (1960), p. 239.

35. H. Suzucki : Sc. rep. Research Inst. Tohoku Univ., A 6 (1954), 30 et 309.

36. E. C. Bain : *Trans. A.I.M.E., 70* (1924), p. 25.

37. R. D. Heidenreich et W. Shockley : Report of a Conference on the Strength of Solids (Univ. Bristol), *Physical Society,* Londres (1948), p. 57-75.

38. H. Suzucki : Sc. Rep. Research Inst. Tohoku Univ,. A6 (1954), p. 30.

39. C. Zener : Elasticité et Anélasticité, traduct. J. Chatelet, Dunod, Paris (1955), p. 38.

40. W. Seith : Diffusion in Metallen, 2e édition (1955).

41. C. Leymonie : Les traceurs radioactifs en métallurgie physique. Dunod, Paris (1960).

42. C. Wells et R. F. Mehl : *Trans. A.I.M.E., 145* (1941), p. 329

43. R. H. Aborn et E. C. Bain : Nature of nickel-chromium rustless, *Trans. A.S.S.T., 15* (1929), p. 387.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Influence d'une phase dispersée insoluble sur les propriétés des alliages métalliques

---

Vu et Approuvé :
Paris, le 7 mai 1962.
Le Doyen de la Faculté des Sciences,
Marc Zamansky.

Vu et permis d'imprimer :
Le Recteur de l'Académie de Paris,
Jean Roche.

Imp. du Commerce, Saint-Germain-en-Laye